



日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

AB-345-X  
2/2

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日  
Date of Application:

2000年 8月31日

出 願 番 号  
Application Number:

特願2000-262611

出 願 人  
Applicant(s):

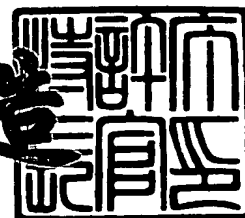
洞海化学工業株式会社  
旭硝子株式会社  
株式会社ジェイ・エス・ピー



2001年 7月27日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3067535

【書類名】 特許願

【整理番号】 20000600

【提出日】 平成12年 8月31日

【あて先】 特許庁長官 及川 耕造 殿

【国際特許分類】 C09G 1/00

【発明者】

【住所又は居所】 福岡県北九州市若松区北湊町 1 3 番 1 号 洞海化学工業株式会社内

【氏名】 寺瀬 邦彦

【発明者】

【住所又は居所】 福岡県北九州市若松区北湊町 1 3 番 1 号 洞海化学工業株式会社内

【氏名】 井上 真樹

【発明者】

【住所又は居所】 福岡県北九州市若松区北湊町 1 3 番 1 号 洞海化学工業株式会社内

【氏名】 藤井 淳成

【発明者】

【住所又は居所】 福岡県北九州市若松区北湊町 1 3 番 1 号 洞海化学工業株式会社内

【氏名】 小野 英一

【発明者】

【住所又は居所】 福岡県北九州市若松区北湊町 1 3 番 1 号 洞海化学工業株式会社内

【氏名】 佐々木 隆好

【特許出願人】

【識別番号】 390005728

【氏名又は名称】 洞海化学工業株式会社

【特許出願人】

【識別番号】 000000044

【氏名又は名称】 旭硝子株式会社

【特許出願人】

【識別番号】 399100983

【氏名又は名称】 株式会社ジェイ・エス・ピー

【代理人】

【識別番号】 100085947

【弁理士】

【氏名又は名称】 小池 信夫

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 065940

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 フロアーポリッシュ用組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 被膜形成性の有機高分子物質を主体として含むフロアーポリッシュ用組成物において、当該組成物には少なくとも鱗片状粒子が配合されていることを特徴とするフロアーポリッシュ用組成物。

【請求項 2】 前記鱗片状粒子が、層状ポリケイ酸に該当するシリカである請求項 1 に記載のフロアーポリッシュ用組成物。

【請求項 3】 前記層状ポリケイ酸が、鱗片状シリカの薄片 1 次粒子が互いに面間が平行的に配向し複数枚重なって形成される葉状シリカ 2 次粒子から実質的になり、互いに独立に存在する積層構造の粒子形態を有する鱗片状シリカ粒子である請求項 2 に記載のフロアーポリッシュ用組成物。

【請求項 4】 前記鱗片状シリカを構成する葉状シリカ 2 次粒子が、X 線回折分析での主ピークが、シリカー X 及び／又はシリカー Y に該当するシリカである請求項 2 又は 3 に記載のフロアーポリッシュ用組成物。

【請求項 5】 前記フロアーポリッシュ用組成物中の有機高分子物質が、水性のエマルション状態の有機高分子物質である請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載のフロアーポリッシュ用組成物。

【請求項 6】 基材の表面上に設けられた被膜形成性の有機高分子物質からなるフロアーポリッシュ被膜において、当該被膜中には鱗片状粒子が含有されていることを特徴とするフロアーポリッシュ被膜。

【請求項 7】 前記鱗片状粒子が、層状ポリケイ酸に該当するシリカである請求項 6 に記載のフロアーポリッシュ被膜。

【請求項 8】 前記層状ポリケイ酸が、鱗片状シリカの薄片 1 次粒子が互いに面間が平行的に配向し複数枚重なって形成される葉状シリカ 2 次粒子から実質的になり、互いに独立に存在する積層構造の粒子形態を有する鱗片状シリカ粒子である請求項 7 に記載のフロアーポリッシュ被膜。

【請求項 9】 前記被膜中の鱗片状シリカを構成する葉状シリカ 2 次粒子が、X 線回折分析での主ピークが、シリカー X 及び／又はシリカー Y に該当するシ

リカである請求項 7 又は 8 に記載のフローポリッシュ被膜。

【請求項 1 0】 請求項 6 ～ 9 のいずれかに記載の鱗片状シリカを含有するフローポリッシュ被膜の上に、有機高分子物質から実質的になる上塗り層を設けて、当該フローポリッシュ被膜の透明性を高めたフローポリッシュ被膜。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、基材の表面、例えば床面の保護、防汚、光沢性の付与等を目的とするフローポリッシュ用組成物及びフローポリッシュ被膜に関する。

【0 0 0 2】

【従来技術】

従来、フローポリッシュ用組成物は、プラスチック、木材、天然石、セメント硬化体、金属、ガラス、セラミックス、皮革（天然又は人造）等の基材の表面、例えば床面にフローポリッシュ被膜を形成させ、当該床面の保護、防汚及び光沢性の付与等の目的のため広く使用されている。ここで、フローポリッシュ用組成物としては、フローポリッシュ被膜の形成、艶出成分として常用されている従来からのワックス等天然品由来のものに加え、最近では合成有機高分子からなるものが多く使用されるようになっている。

【0 0 0 3】

一般的にフローポリッシュ用組成物（若しくはこれから形成されるフローポリッシュ被膜（以下、単にポリッシュ被膜又は被膜と称することがある。））に必要な物性としては、以下のものが挙げられる。すなわち、

【0 0 0 4】

- ① 床面等を保護するために被膜が、機械的な強度や耐久性及び化学的な耐久性を有すること。
- ② 被膜は、透明性が高いこと（すなわち、床面等の本来の色や模様を覆い隠さないこと。）。
- ③ 被膜は、美観を高めるため光沢性が高いこと。
- ④ 塗料と異なり定期的に被膜を床面等から剥離・洗浄した後、新たな被膜を形

成させる必要があるので、被膜の剥離・洗浄が容易であること。

⑤ フロアーポリッシュ用組成物や被膜は、人体への安全性が高いこと。

【 0 0 0 5 】

しかしながら、実際上は、上記要求される物性をすべて満足するフロアーポリッシュ用組成物を得ることは必ずしも容易ではない。

【 0 0 0 6 】

以下、フロアーポリッシュ用組成物が常用されるオフィスビル、レストラン、デパート、スーパーマーケット等の床面への当該組成物の使用を例にとってその課題を具体的に説明する。

【 0 0 0 7 】

これらの床を形成する床用材料としては、通常プラスチック製のタイルが多く用いられているが、中でも物性が優れ、しかも価格が安いということからポリ塩化ビニル製のタイル（所謂ビニタイル）が、汎用されている。

【 0 0 0 8 】

フロアーポリッシュ用組成物は、通常、アクリル樹脂系、ウレタン樹脂系、スチレン樹脂系、エポキシ樹脂系、シリコン樹脂系、フッ素樹脂系及びこれらの少なくとも二種以上の共重合樹脂系などの透明な有機高分子物質からなる水性のエマルジョン状態のフロアーポリッシュ用組成物（固形分濃度は、例えば、10～30質量％程度）であって、これを床面、例えば新規に設けられたプラスチック製タイルの表面（又は、後記するように、既に塗布した被膜を更新するために、水性の剥離剤や中性洗剤を被膜表面に散布した後、ブラシなどを用いて剥離・洗浄し、室温乾燥させた清浄なタイルの表面）を、モップなどを用いて、複数回（通常15回以内）に分けて塗布する。なお、便宜上、以下の説明でフロアーポリッシュ用組成物を「フロアーポリッシュ液」又は「ポリッシュ液」と称することがある。

【 0 0 0 9 】

ポリッシュ液は、1回で塗布することも可能ではあるが、通常は、複数回に分けて塗布し、積層構造の塗膜とすることにより、防汚性、平滑性、光沢性がより優れた塗膜とすることができるので、一般的には、フロアーポリッシュ用組成物

は、下記のごとく複数回に分けて塗布されている。

【0010】

すなわち、1回ごとの塗布量としては、有機高分子物質の固形分換算で、1～10 g/m<sup>2</sup> 程度を塗布し、塗布毎に室温で1時間程度乾燥して被膜の一層とし、この塗布／乾燥のサイクルを複数回繰り返す。

【0011】

しかして、プラスチック製タイルの表面には、孔径が数  $\mu\text{m}$ ～100  $\mu\text{m}$  程度の微小な孔が数多く存在するのが一般的であるところ、上記の複数回の塗布回数の中、最初の塗布回数1～2回程度の段階では、主として、当該微小孔にポリッシュ液が浸透し当該微小孔は有機高分子物質により充填される。すなわち、最初の1～2回程度の塗布は、このような微小孔の充填を目的とするものであり、この段階では、被膜の平滑性は、十分でなく、被膜の光沢性は、不十分である。

【0012】

次にこの上に、さらに、3～15回、同様な方法でポリッシュ液を塗布すると、塗り重ねる毎に被膜の平滑性が向上して、最終的な積層構造からなる被膜は、良好な光沢性を有するものとなる。

【0013】

かくして複数回塗り重ねられたフローアポリッシュ被膜は、日数が経過するとともに、かつその表面を人が通行し踏圧が加えられること等にもより、所謂キュアリングと呼ばれる被膜層の安定化現象が発現し、一般に塗布初期よりも被膜硬度の向上等が認められる。

【0014】

さて、塗布されたばかりのフローアポリッシュ被膜は、光沢性を有する美しい被膜であるが、その上を多数の人が頻繁に通行することにより、その靴で繰り返し踏みつけられ、また、スーパーマーケットなどの場合には、人だけでなく、さらに購入した日用品を満載した高重量のカート（荷車）などが、被膜の上を頻繁に移動することにより、これらを支える被膜は、急速に摩耗し、傷つき、かつ、ヒールマーク等により汚染される。さらにまた、スーパーマーケットなどの場合には、被膜が、摩耗や擦傷により損傷を受ける最も過酷な環境として、多数のカ

ート（荷車）を置く専用置場などがあり、ここでは、ポリッシュ被膜の損傷が甚だしく加速される。

## 【0015】

かくして、フローアポリッシュ被膜が汚れて損傷しかつ光沢も無くなった場合（要するに床面が汚れた場合）、その売場全体が汚らしい雰囲気に入れられ、購買客に悪印象や嫌悪感を与えるという大きな問題がある。種々の調査によれば、売場の美しさや清潔さは、顧客の心理に訴えかけ、結果としてその売上の増加又は減少を大きく左右する、売上ときわめて密接な関係を有する重要な因子であることが明らかにされており、またこれは、いまや販売管理者の間で常識となっている事項である。

## 【0016】

そのため、デパートやスーパーマーケットの売場責任者にとっては、このように摩耗し汚染したフローアポリッシュ被膜に関し、以下のごとき周期的なメンテナンス作業を実施し、その汚れを常時取り除きまた光沢性を回復し、売場をできるだけ明るく清潔に保つようにすることが必須であり、またこれは、売場管理上の極めて重要な作業となっている。

## 【0017】

① ケア作業：これは、中性洗剤の稀薄水溶液による被膜の洗浄、室温乾燥後、機械的に磨きをかける操作（バフ研磨（バーニッシング））であって、これをほぼ毎日実施する。

## 【0018】

さらに、上記のケア作業に加えて、以下に示す復元作業やリコート作業を、必要に応じた頻度で実施する。

② 復元作業：修復用薬剤含有液により被膜面を洗浄後、室温乾燥するものである。

③ リコート作業：積層構造のポリッシュ被膜の表面の1～2層程度（最も損傷を受け汚染されている層）を、薬液を散布して溶かした後、中性洗剤の稀薄水溶液で洗浄し、フローアポリッシュ組成物を1～2層塗布し、室温乾燥後、磨きをかけるものである。



【0019】

基本的には、①～③のメンテナンス作業サイクルを繰り返す事により、日常的な床面の被膜の品質は、一応維持される。

【0020】

しかしながら、これらのメンテナンス作業を実施しても、1.0～1.5年ぐらゐ経過すると、被膜の汚れや傷つきがさらに進行するため、上記メンテナンスでは、復旧することが困難になる。そのため以下のごとき被膜を全面剥離し、被膜を新たに塗布更新する作業（以下、「全面補修作業」と呼ぶ。）を行う必要がある。すなわち、

【0021】

④ 剥離作業：まず、高アルカリ性の剥離用薬液を、被膜面に散布して、被膜を溶解又は分解させて剥離し易くさせた後、ブラシでこすって被膜全体をタイル面から剥離する。さらに、中性洗剤の稀薄水溶液により洗浄後、室温乾燥するものである。

【0022】

⑤ 新たな塗布作業：上記の剥離作業後、ポリッシュ液の塗布作業を複数回（15回以内）に分けて行い、床タイル面に新たな被膜を形成させる（この後は、①～③のメンテナンス作業となる。）。

【0023】

さて、上記のごとき復元作業、リコート作業及び全面補修作業は、デパートやスーパーマーケットでは、顧客で混雑する営業時間中に行うことはできず、店が閉まった夜間に実施するか、又は早朝開店前に手早く行う必要があり、また当該作業は、被膜の剥離や塗布・乾燥を何回も繰り返すため、極めて大変な作業であった。

【0024】

このような事情であるから、フローアポリッシュ被膜に関しては、当該被膜の硬度の向上、耐摩耗性や耐擦傷性の向上、耐汚染性の向上などにより、被膜自体の特性を改善し、被膜のメンテナンス作業の大幅な軽減をはかり、被膜の全面補修作業までの期間をできるだけ延長することが、従来より強く切望される事項で

あった。

【 0 0 2 5 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、従来のフローポリッシュ被膜のメンテナンス作業を大幅に軽減するフローポリッシュ用組成物を提供することである。

【 0 0 2 6 】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題の重要性に鑑み鋭意検討した結果、従来用いられている有機高分子物質からなるフローポリッシュ用組成物に少なくとも鱗片状の粒子を配合することにより、好ましくは鱗片状の葉状シリカ 2 次粒子を配合させることにより、フローポリッシュ被膜の耐汚染性、硬度、耐摩耗性や耐擦傷性、耐ヒールマーク性などが大幅に向上し、被膜の所要メンテナンス作業が大幅に軽減できることを見出した。本発明は、かかる知見によりなされるに到ったものである。

【 0 0 2 7 】

すなわち、本発明に従えば、被膜形成性の有機高分子物質を主体として含むフローポリッシュ用組成物において、当該組成物には少なくとも鱗片状粒子が配合されていることを特徴とするフローポリッシュ用組成物が提供される。

【 0 0 2 8 】

また、本発明に従えば、基材の表面上に設けられた被膜形成性の有機高分子物質からなるフローポリッシュ被膜において、当該被膜中には鱗片状粒子が含有されていることを特徴とするフローポリッシュ被膜が提供される。

【 0 0 2 9 】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳細に説明する。

(被膜形成性の有機高分子物質を主体としたフローポリッシュ用組成物)

本発明におけるフローポリッシュ用組成物は、被膜形成性の有機高分子物質を主体としてなるものである。かかる有機高分子物質としては、アクリル樹脂系、ウレタン樹脂系、スチレン樹脂系、エポキシ樹脂系、シリコン樹脂系、フッ素

樹脂系、塩化ビニル樹脂系及びポリエステル樹脂系からなる群より選ばれる少なくとも一種（単独樹脂系）及びこれらの少なくとも二種以上の共重合樹脂系、またこれらの単独樹脂系と共重合樹脂系との二種以上を混合又は複合したものからなる、透明な有機高分子物質（樹脂の光屈折率が 1.3～1.6 程度のもの）が使用されることが好ましい。

#### 【0030】

これら有機高分子物質は、微粒子として水中に分散した水性エマルション状態（固形分濃度は、例えば、10～30 質量%、pH 8.0～9.5 程度）で使用されることが好ましい。当該水性エマルションを、基材の表面に塗布して乾燥することにより、分散している有機高分子物質の粒子が互いに近接・融合して被膜が形成される。

#### 【0031】

また、水系溶剤だけでなく、グリコールエーテル系溶剤等の水以外の溶剤も使用することもできるが、水性エマルション状態のエマルション液がハンドリングが容易なため望ましい。

#### 【0032】

なお、有機高分子物質は、基本的には上記したものからなるが、具体的には、例えば以下のごときフロアーポリッシュ用組成物用として公知の樹脂であってもよい。

#### 【0033】

（1）カルボキシル基を有する水性樹脂（例えば、カルボン酸及び／又はカルボン酸塩を含む水性ポリウレタン系樹脂、アクリル系樹脂、アルカリ可溶性樹脂、水性ポリオレフィン系樹脂及びアイオノマー水性樹脂から選択されるもの等）の中にエポキシ基を有するエポキシ樹脂を分散するか又は架橋させた成分を含有するもの（特開 2 0 0 0 - 8 6 9 7 7 号）。

#### 【0034】

（2）分子内にカルボキシル基を有する  $\alpha$ ,  $\beta$ -不飽和カルボン酸系ポリマー及び水性ウレタン系ポリマーから選ばれるポリマーの水性エマルション又は水性ディスパージョンに、アルカリ金属水酸化物とカルシウムイオン放出化合物を添加

して前記ポリマー中のカルボキシル基をカルシウム架橋したもの（特開平 1 0 - 1 0 2 0 0 6 号）。

【 0 0 3 5 】

（ 3 ）芳香族ビニル化合物及び（メタ）アクリル酸エステル及び  $\alpha$  ,  $\beta$  -エチレン性不飽和カルボン酸から構成されるもの（特開平 9 - 9 5 6 4 2 号）。

【 0 0 3 6 】

（ 4 ）水性分散状態にあるエチレン性不飽和化合物の重合体に Z n 等の多価金属化合物を含ませたもの（特開平 8 - 6 0 1 0 2 号）。

【 0 0 3 7 】

（ 5 ）（メタ）アクリル系ラジカル重合性モノマーを酸価が 2 0 ~ 2 0 0 m g K O H / g （樹脂固形分当たり）の水性ポリウレタンの存在下に重合させてなる酸価が 4 ~ 1 5 0 m g K O H / g （樹脂固形分当たり）の水性エマルション樹脂の 1 種又は 2 種以上及び多価金属錯体を含有するもの（特公平 8 - 1 9 3 0 9 号）。

【 0 0 3 8 】

（ 6 ）オルガノポリシロキサンの水中油型エマルションと、  $\alpha$  ,  $\beta$  -不飽和カルボン酸とアクリル及び／又はメタクリル酸エステル単量体からなる混合単量体とからなる混合物をラジカル重合開始剤の存在下で乳化重合して得られるもの（特許第 2 6 9 8 4 4 7 号）。

【 0 0 3 9 】

本発明におけるフロアーポリッシュ用組成物は、好ましくは上記のごとく水性エマルション状態の有機高分子物質を主体とするエマルションであるが、当該ポリッシュ液には、添加材として、架橋剤、皮膜形成剤、可塑剤、融合剤、界面活性剤、消泡剤、レベリング剤、滑り性調整剤、耐洗浄性付与剤、剥離性向上剤、防腐剤、殺菌剤、忌避剤（防虫剤）、帯電防止剤、などの補助材料を適量含有することもできる。

【 0 0 4 0 】

ここで架橋剤としては、例えば、分子内にカルボキシル基又はカルボニル基を有する  $\alpha$  ,  $\beta$  -不飽和カルボン酸系ポリマーや水性ウレタン系ポリマーのエマル

ション又はディスパーションに対する架橋剤の場合、分子内にヒドラジン基を2つ以上有する化合物やカルシウム、亜鉛、アルミニウム等の2価以上の多価金属の錯体又は塩等が使用でき、被膜形成剤としては、例えばアルコール類、グリコールエーテル類等が例示され、また可塑剤としては、例えば、アジピン酸エステル類、ジブチルフタレート、ジオクチルフタレート、2-ピロリドン、トリブトキシエチルホスフェート、オクチルジフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、アジピン酸エステル類等が例示される。

## 【0041】

一方、融合剤としては、例えば、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、トリメチルペンタンジオール・モノイソブチレン、N-メチル-2-ピロリドン、テキサノールなどが挙げられ、界面活性剤としては、例えば、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルのエチレンオキシド付加体、ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウムのエチレンオキシド付加体、フッ素系界面活性剤などが例示され、レベリング剤としては、例えば、アルカリ可溶性樹脂、アジピン酸エステル類が例示され、滑り調整剤としては、例えば、植物系、動物系、鉱物系、石油系ワックスなどの天然ワックスまたは、合成炭化水素、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックス、変性ワックスなどが例示され、忌避剤（防虫剤）としては、例えば、ピレスロイド系防虫剤などが例示される。

## 【0042】

（フロアーポリッシュ用組成物の塗布対象）

本発明のフロアーポリッシュ用組成物が対象とするのは、プラスチック、木材、天然又は人造の石材、セメント硬化体、金属、ガラス、セラミックス、皮革（天然又は人造）等の基材の表面であり、特に床面である。なお、本発明において「フロアーポリッシュ」とは、所謂狭義の床面に適用することが典型的であるが、場合によっては壁面、天井面、階段等の基材表面や自動車の車体外表面に適用することも可能である。

## 【0043】

すでに述べたように、通常オフィスビル、レストラン、デパート、スーパーマ

ーケットなどの床材としては、プラスチック製床材が使用されており、特に安価であることもあってポリ塩化ビニル製床用タイルが汎用されている。

## 【 0 0 4 4 】

かかるタイルとして、一般的なものを例にすると、寸法は色々あるが、例えば、304.8mm×304.8mm×3.2mm厚みのもので、タイル表面の平滑性と光沢性が高い面が表面（上面）であり、一般にこの表面には、多種多様の色や美しい絵柄、模様、パターン等が施されている。売場等の適用場所の雰囲気にあわせて、最もフィットする絵柄や色のものを慎重に選択して施工される。

## 【 0 0 4 5 】

しかしながら、すでに述べたごとく、一見美麗で平滑なタイルの表面も、顕微鏡で観察すると、直径が、数 $\mu\text{m}$ ～100 $\mu\text{m}$ 程度の多数の微小孔の存在するのが、極く一般的である。かかる微小孔が存在することにより、フローアポリッシュ液を塗布したとき、特に最初の1～2層においては、当該微小孔へのポリッシュ液の浸透・充填が起きる。なお、上記のタイルには、板厚み方向の層構成により、大別していわゆるコンポジションタイルとホモジニアスタイルの二種類があるが、板表面における微細孔の存在については実質的に同一であり、本発明者らによる試験の結果によっても両者は同等に扱えることが確認されている。

## 【 0 0 4 6 】

（鱗片状の粒子）

本発明においては、被膜形成性の有機高分子物質を主体として含むフローアポリッシュ用組成物において、鱗片状粒子が配合されていることを特徴とする。

## 【 0 0 4 7 】

これは、粒子の厚みに対する面の長さ比率であるアスペクト比が大きな鱗片形状粒子は、単位充填質量当たりの粒子の重なりによる被覆率が極めて大きいので被膜中に充填剤（フィラー）として配合し、被膜特性を大きく向上させうると云う本発明者らの見出した知見によるものである。

## 【 0 0 4 8 】

すなわち、当該フローアポリッシュ液が床面に塗布され、これが乾燥してポリッシュ被膜が形成される過程で、当該ポリッシュ液に配合された前記鱗片状粒子

は、当該被膜中で、床面にほぼ平行に重なりあって配向すると考えられ、このため、被膜中で粒子同士が面接触で存在する。従って、被膜の強度が向上するとともに、また基材表面との密着性が増大すると考えられる。

## 【 0 0 4 9 】

このような鱗片状の形態を有する粒子であれば、特に限定するものではなく、例えば、シリカ、マイカ、タルク、ガラス、アルミナ、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化錫などいずれも好適に使用することができ、なかでもシリカ、マイカ、タルクがより好適に使用できる。

## 【 0 0 5 0 】

鱗片状粒子の平均粒子径（コールターカウンター、レーザー回折・散乱式粒度分布測定装置、動的光散乱式粒度分布測定装置等により測定したもの）は、特に限定するものではないが、本発明で使用する場合は、通常  $0.001 \sim 20 \mu m$  程度であり、また粒子の厚さに対する面径の比（アスペクト比）は、2以上、300以下のものが好ましい。

## 【 0 0 5 1 】

鱗片状粒子の配合量は、フローポリッシュ用組成物中に1～80質量%、好ましくは1～70質量%、さらに好ましくは2～60質量%である。この配合量は、フローポリッシュ液が塗布される床面の環境によって適宜選択され、例えば上記したカート置場等の過酷な使用環境においては、鱗片状粒子は、30質量%以上好ましくは50質量%以上を配合することが好ましい。

## 【 0 0 5 2 】

なお従来、フローポリッシュ用組成物にフィラーとしてコロイダルシリカを用いることが、すでに提案されているが（例えば、特開平6-80933号、特開平8-109353号等参照。）、コロイダルシリカは、微小球状若しくは不定形状であり、種々の問題があることを本発明者らは見出した。例えばフローポリッシュ液にコロイダルシリカを配合した場合、特に数十%以上を配合した場合は、基材表面の密着性が低下し、甚だしい場合は、被膜自体が容易に剥離してしまう。これは、微小球状のコロイダルシリカは、被膜中で互いに点接触しているだけであり、また室温乾燥では、それ自身被膜形成効果がないため被膜強度

を向上させる作用は実質的に大きいものではなく、さらにかかる形状の粒子が基材表面に存在すると、被膜形成性の有機高分子物質の基材表面との接触を妨害し、密着性を低下せしめるものであると考えられる。

## 【 0 0 5 3 】

また、本発明者らの検討によれば、コロイダルシリカを主たるフィラーとして配合・形成されたフロアーポリッシュ被膜は、耐ヒールマーク性に乏しいという問題があることも判明している。

## 【 0 0 5 4 】

本発明においては、鱗片状粒子が、いわゆる層状ポリケイ酸またはその金属の塩と総称されるシリカである場合が最も好ましい。ここで層状ポリケイ酸とは、基本構成単位が  $\text{SiO}_4$  四面体だけからなるシリケート層構造のポリケイ酸を云う。従って、層状ポリケイ酸又はその塩とは、例えばシリカーX、シリカーY、ケニアアイト、マガディアイト、マカタイト、アイラアイト、カネマイト、オクトシリケート等であり、例えば層状ポリケイ酸塩を酸処理することによりケイ酸塩中のアルカリ金属等が水素イオンでイオン交換されたH型のものや、当該酸処理前のアルカリ金属塩等の塩型のものなどの総称である。なお、本発明において層状ポリケイ酸とは、上記H型及びアルカリ金属等の塩型の両者を意味する。

## 【 0 0 5 5 】

これらのうち、後に層状ポリケイ酸の一種として知られているシリカーXは、A. Heydemann により、最初に詳細に報告されており (Beitr. Mineral. Petrogr., 10, 242-259 (1964) )、次いでシリカーXの類似結晶及びシリカーYについては、B. A. Mitsyuk により報告され (Geochem. Int. 13, 101-111 (1976))、さらにシリカーX及びシリカーYについては、S. Kitahara等によっても報告されている (Proc. Inst. Symp. Hydrotherm. React., 1s, 480-495 (1983) )。

## 【 0 0 5 6 】

一方、その他の層状ポリケイ酸及びその塩としては、カネマイト、マカタイト、マガディアイト、ケニアアイト、アイライト、オクトシリケート等の天然或いは合成の層状ポリケイ酸又はその塩が知られており、これに関する研究報告は数多い。例えば、日本国内では、代表的・先進的な論文として、小菅勝典, 粘土科



学,33(4),215-222,(1994)などがある。また、ケニアアイトについては、K.Benke et al., American Mineralogist,68,818-826,(1983) 等に記載されている。なお、層状ポリケイ酸又は層状ポリケイ酸塩に関する命名については、黒田による総説において述べられている(表面, vol.27, No.2, 77-88(1989))。

## 【 0 0 5 7 】

特にポリッシュ液に配合して使用する鱗片状微粒子としては、被膜の硬度向上、透明性、光沢性、耐汚れ性、基材との密着性などが最も優れたものが得られるという理由から、上記した層状ポリケイ酸が最も適している。

## 【 0 0 5 8 】

本発明で使用する層状ポリケイ酸としては、特に好ましくは、鱗片状シリカの薄片 1 次粒子が互いに面間が平行的に配向し複数枚重なって形成される葉状シリカ 2 次粒子から実質的になり、互いに独立に存在する積層構造の粒子形態を有する鱗片状シリカ粒子である。このような鱗片状シリカ粒子を使用した場合、被膜の硬度向上、透明性、光沢性、耐汚れ性、基材との密着性などが最も優れたものが得られる。

## 【 0 0 5 9 】

上記葉状シリカ 2 次粒子は、本発明者らが先に提案した方法(特開 2 0 0 0 - 7 2 4 3 2 号、特願平 1 1 - 3 5 1 1 8 2 号、特願 2 0 0 0 - 2 0 6 2 6 4 号)により、工業的に容易に得られる。

以下、フィラーとして使用するのに特に好ましい葉状シリカ 2 次粒子について詳細に説明する。

## 【 0 0 6 0 】

(葉状シリカ 2 次粒子)

本発明においてフィラーとして使用されるシリカ粒子は、最も好ましくは、上記のごとき基本的に鱗片状シリカの薄片 1 次粒子が互いに面間が平行的に配向し複数枚重なって形成される葉状シリカ 2 次粒子である。

## 【 0 0 6 1 】

このシリカ 2 次粒子は、鱗片状 1 次粒子が重なって形成されるものであるが当該 1 次粒子は、走査型電子顕微鏡(以下、SEMと略称する。)では、識別でき

ず、これが面間が平行的に配向して複数枚重なった葉状 2 次粒子だけが識別できるものであり、また、透過型電子顕微鏡（以下、TEM と略称する。）を用いて観察すると、電子線が一部透過するような極薄片粒子である 1 次粒子が識別できるようなものである。なお、1 次粒子の層間の結合は極めて強固であって、葉状 2 次粒子から、その構成単位である薄片状の当該 1 次粒子を 1 枚ずつ剥離し、単離することは困難である。

## 【 0 0 6 2 】

本発明で使用する葉状シリカ 2 次粒子は、シリカの 3 次凝集体粒子（3 次粒子）を解砕することにより得られる。

## 【 0 0 6 3 】

当該シリカ 3 次凝集体粒子は、SEM 写真から観察されるように、葉状 2 次粒子が不規則に重なり合い、この重なりによって作られる多数の間隙（空隙またはポケット）を有するもので、見かけ上、キャベツ状、タマネギ状、花卉状、つばみ状、巻き貝状等の、状態により種々に表現される形態をとりうるものである。

## 【 0 0 6 4 】

このシリカ 3 次凝集体粒子は、好ましくは、本発明者らが先に提案した方法により製造できる（特開 2 0 0 0 - 7 2 4 3 2 号）。

## 【 0 0 6 5 】

すなわち、球状や不定形状のシリカヒドロゲルを出発物質として、アルカリ金属の存在下で水熱処理する方法であって、本発明におけるシリカ 3 次凝集体粒子であるシリカ-X、シリカ-Y等をより低温度・短時間反応で、クォーツ等の結晶を生成させること無く、しかも収率高く製造することができる方法である。

## 【 0 0 6 6 】

ここで球状のシリカヒドロゲルは、古くから知られているように、シリカヒドロゾルを石油類その他の媒体中で、球形状に固化せしめて生成してもよいが、より好ましくは、特公昭 4 8 - 1 3 8 3 4 号に記載されているように、シリカ／アルカリモル比（ $\text{SiO}_2 / \text{Na}_2\text{O}$ ）3.5～20 mol/mol、シリカ濃度 2～20 質量％程度のケイ酸アルカリ水溶液と鉱酸水溶液を混合して、pH 7～9 程度のシリカゾルを短時間で生成させると同時に、気体媒体中に放出し、気体

中でゲル化させる方法により製造される。

【 0 0 6 7 】

このようなシリカヒドロゲルを出発原料とし、オートクレーブ等の加熱圧力容器中で加熱して水熱処理を行い、シリカ 3 次凝集体粒子を生成させる。その場合、この球状シリカヒドロゲルをそのまま使用してもよいが、好ましくは、粉碎または粗粉碎して、粒径 0. 1 ～ 6 mm 程度としたものが、オートクレーブ中での攪拌をより効果的に行えるために望ましい。

【 0 0 6 8 】

水熱処理は、シリカー X やシリカー Y 等の単一相を短時間で得るため、150 ～ 220℃ の温度範囲で行われ、好ましくは 160 ～ 200℃ で行われる。

【 0 0 6 9 】

また、必要な水熱処理の時間は、水熱処理の温度や種晶の添加の有無等により変わりうるが、通常、3 ～ 50 時間、好ましくは、5 ～ 40 時間程度である。

【 0 0 7 0 】

かくして水スラリー状で得られたシリカ 3 次凝集体粒子を、本発明者らが先に提案した特定の方法で解砕・分散化することにより、固形分濃度 1 ～ 20 質量% の葉状シリカ 2 次粒子の水スラリーが得られる（特願平 1 1 - 3 5 1 1 8 2 号、特願 2 0 0 0 - 2 0 6 2 6 4 号参照）。

【 0 0 7 1 】

すなわち、ベルトフィルターや濾布式遠心分離機等の固液分離・水洗装置を用いて、水洗・固液分離し、必要に応じてさらに水でリパルプし、シリカ 3 次凝集体粒子からなる  $\text{SiO}_2$  濃度が 1 ～ 30 質量% の水スラリーとし、これを粉碎媒体を用い機械的に高速攪拌する方式の湿式ビーズミル、湿式ボールミルなどの湿式粉碎装置（解砕装置）に供給して、鱗片状シリカ 3 次凝集体粒子を解砕処理する。ここで、葉状シリカ 2 次粒子を、粉碎・破壊しないためには、直径 0. 2 ～ 1. 0 mm のアルミナ又はジルコニア等の媒体ビーズを用いる湿式ビーズミルが特に好ましい。

【 0 0 7 2 】

かくして、3 次粒子を実質的に含まない薄片 1 次粒子が、互いに面間が平行的

に配向して複数枚重なった、平均粒子径  $0.001 \sim 10 \mu\text{m}$  の葉状シリカ 2 次粒子がスラリーとして得られる。

## 【0073】

本発明で使用する葉状シリカ 2 次粒子の基本物性は、以下のとおりである。

当該シリカ 2 次粒子におけるシリカの  $\text{SiO}_2$  純度は、99.0 質量%以上である。pH は、6.0～8.0 であり、X 線回折のスペクトルとしては、米国の ASTM (American Society for Testing and Materials) に登録されているカード（以下単に ASTM カードと称する。）番号 16-0380 に該当する  $2\theta = 4.9^\circ$ 、 $26.0^\circ$ 、及び  $28.3^\circ$  の主ピークを特徴とするシリカー X 及び／又は ASTM カード番号 31-1233 に該当する  $2\theta = 5.6^\circ$ 、 $25.8^\circ$  及び  $28.3^\circ$  の主ピークを特徴とするシリカー Y からなるシリカである。上記以外のピークとしては、シリカー X の場合は、ASTM カード番号 31-1234、37-0386、シリカー Y の場合は、ASTM カード番号 35-63、25-1332 などのピークが認められるものである。

## 【0074】

吸油量 (JIS K5101) は、 $100 \sim 150 \text{ ml} / 100 \text{ g}$  である。

葉状シリカ 2 次粒子の平均粒子径は、すでに述べた他の鱗片状粒子と同じ範囲のものが使用され、特に限定するものではないが、通常  $0.001 \sim 20 \mu\text{m}$ 、好ましくは  $0.01 \sim 10 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは  $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$  程度である。

## 【0075】

ここで平均粒子径の測定方法としては、レーザー回折／散乱式粒度分布測定装置（例えば、堀場製作所社製、LA-920 型）、動的光散乱式粒度分布測定装置（例えば、堀場製作所社製、LB-500 型）、或いはコールターカウンター（例えば、コールターエレクトロニクス社製、MA-II 型）等で、粒子径の範囲に応じて適宜適用することにより、測定される。

## 【0076】

また SEM で観察すると、この葉状シリカ 2 次粒子は、その厚さが  $0.001 \sim 0.5 \mu\text{m}$ 、厚さに対する葉状シリカ 2 次粒子（板）の最長長さの比（アスペ

クト比)は、少なくとも5以上のものであり、厚さに対する葉状シリカ2次粒子(板)の最小長さの比(アスペクト比)は、2以上を有するものである。葉状シリカ2次粒子の厚さに対する最長長さの比及び最小長さの比の上限は、特に規定するものではないが、前者は300以下、後者は150以下が好ましい。

## 【0077】

このシリカ2次粒子の細孔分布をBET法(日本ベル社製、商品名ベルソーブ-28型)により測定すると、細孔容積は、0.05~0.15ml/g、比表面積は、30~80m<sup>2</sup>/gである。

## 【0078】

光学的な物性としては、当該シリカ2次粒子の光の屈折率は、1.48~1.52である。

## 【0079】

また、当該シリカ(熱処理していない常温でのSiO<sub>2</sub>)の赤外吸収スペクトル(FT-IR)は、3600~3700cm<sup>-1</sup>、3400~3500cm<sup>-1</sup>にそれぞれ1つの吸収帯をもつシラノール基をもつシリカである。また、BET法による比表面積当たりのシラノール基の量は、50~70μmol/m<sup>2</sup>という大きな値を有している(シリカゲルの数倍)。

## 【0080】

当該シリカの酸水溶液及びアルカリ水溶液に対する20℃での飽和溶解度は低い。すなわち、溶解SiO<sub>2</sub>濃度は、10質量%のHCl水溶液に対しては、0.008質量%、イオン交換水に対しては、0.006質量%、5質量%NaOH水溶液に対しては、0.55質量%、10質量%NaOH水溶液に対しては、0.79質量%であり、酸、アルカリのいずれに対しても、小さな溶解度であり、耐酸性、耐アルカリ性を有することを示す。特に、シリカゲルやコロイダルシリカに比較して、非常に小さなアルカリ水溶液への溶解度であり、耐アルカリ性を有することを示す。

## 【0081】

以上のごとく、本発明においてフロアーポリッシュ用組成物のフィラーとして使用する葉状シリカ2次粒子等の層状ポリケイ酸は、好ましくはシリカの3次凝

集体粒子（3次粒子）を、本発明者らにより見出された特定の機械的方法により解砕することにより得られるものである。

## 【 0 0 8 2 】

これに対し、従来、この3次凝集体粒子を水酸化リチウム、水酸化カリウム、水酸化アンモニウムなどのアルカリ水溶液で処理することにより化学的に解砕・分散化する提案がなされている（例えば、小菅勝典ら、Journal of the Ceramic Society of Japan, 100(6), 872-875(1992)、小菅勝典ら、ゼオライト、13(3), 89-96(1996)、特公平6-104565など）（以下、「化学的解砕法」と称する。）。）。。

## 【 0 0 8 3 】

しかしながら、本発明者らが上記化学的解砕法を、ナトリウム型ケニアアイト等を例にして、当該公知例の方法に準じて詳細に検討した結果、当該化学的解砕法によっては、本発明において使用している葉状シリカ2次粒子に実質的に相当する形態の粒子は得られないことを確認した。すなわち、化学的解砕法により処理した後の粒子を、SEMで観察すると、見掛上、粒子が解砕されているように観察されるが、分散処理前後の粒子径分布を、粒度分布測定装置（例えば、コールターカウンター、レーザー回折／散乱式粒度分布測定装置、動的光散乱式粒度分布測定装置等）により測定した結果では、粒子径分布は、上記処理前後であまり大きな変化は認められず、粒子分散によって、当然認められるべき平均粒子径の大幅な低下は、認められなかった。また、これらの化学的解砕法により得られた粒子は、基本的に強固な被膜形成能は有しない。

## 【 0 0 8 4 】

これに対して、本発明者らが提案している機械的な解砕・分散化法においては、解砕処理後の平均粒子径は、葉状シリカ2次粒子の基本的粒子形状を実質的に破壊することなく、処理前に比較して大幅に小さくなることが認められ、かつ、SEMによる分散粒子の観察においても葉状シリカ2次粒子が、互いに独立に存在していることが、明確に判明している（特願平11-351182号、特願2000-206264号）。また、当該葉状シリカ2次粒子は、それ自身被膜形成能を有しており、バインダー等を添加することなく、室温乾燥条件においても

強固な被膜を形成することができる点に特徴を有する。

【 0 0 8 5 】

このように、当該葉状シリカ 2 次粒子は、本発明において適用されているような 3 次凝集粒子の構成粒子の分散方法である層状ポリケイ酸又は層状ポリケイ酸塩の水スラリーを、粉碎媒体を用い機械的に高速攪拌する方式、すなわち湿式ビーズミル、湿式ボールミルなどの湿式粉碎装置（解砕装置）を用いる方式が最も適していることが確認されている。

【 0 0 8 6 】

（本発明のフロアーポリッシュ用組成物の調整方法）

上記葉状シリカ 2 次粒子等の鱗片状粒子（以下、「葉状シリカ 2 次粒子等」と称する。）は、ポリッシュ用組成物の用途に配合して使用する場合には、水スラリー状態のものが、ハンドリングが容易であり適している。葉状シリカ 2 次粒子等の水スラリーは、ポリッシュ液の用途に使用する場合には、葉状シリカ 2 次粒子等の水スラリー中の固形分濃度としては、5～20 質量%が好ましい。

【 0 0 8 7 】

また、特に葉状シリカ 2 次粒子を使用する場合の水スラリーを、水性エマルション状態の有機高分子物質からなるポリッシュ液と混合して使用する場合には、予め葉状シリカ 2 次粒子の水スラリーの前処理調整が必要である。ポリッシュ液は、一般的に pH 8.0～9.5 のアルカリ性の水性エマルション状態の液である。水性エマルションの安定性は、pH に依存するので、葉状シリカ 2 次粒子の水スラリーとの混合により、配合液の pH が大きく変動して、ポリッシュ液のエマルション状態を破壊する事がないように、ポリッシュ液の pH 値と葉状シリカ 2 次粒子の水スラリーの pH 値を実質的に一致させた後に、両液を混合する事が好ましい。この葉状シリカ 2 次粒子の水スラリーの pH 調整は、NaOH 水溶液などのアルカリを使用すればよい。なお、当該 pH 調整の操作は、湿式ビーズミル等を用いる機械的解砕の前後どちらで実施しても良い。

【 0 0 8 8 】

なお、フィラーとして一般的な層状ポリケイ酸を使用することも勿論可能である。その場合、アルカリ金属塩型等の塩型では水スラリーの状態で高 pH となる

ため、上記の問題を惹起する恐れがあるが、H型であれば、基本的に中性に近いため、安定な水性エマルジョン状態を形成するpH領域にポリッシュ液をpH調整することは、極めて容易でありより好ましい。この場合は、シリカ濃度が1～30質量%の水スラリー状態とした場合の当該スラリーのpHが4.0～9.5、好ましくはpH6.0～9.5程度となるものが最も適している。

## 【0089】

ポリッシュ用組成物の調整方法は、通常以下のように行われる。すなわち、従来からポリッシュ液として使用されている水性エマルジョン状態の有機高分子物質からなるポリッシュ液の固形分濃度及びpH値を予め測定しておく。次に、配合しようとする水性エマルジョン状態の有機高分子物質からなるポリッシュ液のpHに実質的に一致するように葉状シリカ2次粒子等の水スラリーのpHを調整し、pH値及び固形分濃度を測定しておく。最後に、ポリッシュ液と葉状シリカ2次粒子等の水スラリーとを、混合するのである。かくして得られる葉状シリカ2次粒子等を含有するポリッシュ液のpHは、当然のことながら一般的に使用されるポリッシュ液と同じpH8.0～9.5程度のものとなるようにするのである。

## 【0090】

本発明において、ポリッシュ用組成物の調整方法は、特別なものではなく、上記の両液を、室温下で、混合用の容器中に所定の比率で仕込み、混合すればよい。混合装置としては、特に限定するものではなく、攪拌羽根を有する攪拌装置や、分散ビーズを用いる湿式分散機などが適用できる。

## 【0091】

かくして両液の混合後、液中の固形分濃度及びpH値を確認のため測定しておくことが好ましく、また、液に発泡がある場合には、攪拌を止めて発泡が消えるまで静置した後、ポリッシュ用組成物として使用する。

## 【0092】

(ポリッシュ用組成物及びポリッシュ被膜中の組成比率)

本発明におけるフローポリッシュ用組成物は、水性エマルジョン状態の有機高分子物質、葉状シリカ2次粒子等及び低揮発性液体（水又は有機溶媒）からな



るものである。低揮発性液体としては、ハンドリングの面から水が望ましい。当該組成物中の総固形分（有機高分子物質＋葉状シリカ２次粒子等）濃度としては、５～３０質量％が好ましく、１０～２５質量％がより好ましい。５質量％未満では、塗布後の乾燥時間が非常に長くなってしまい、３０質量％を超えると、組成物の粘度が増大し、均一に塗布する事が困難となる。

## 【 0 0 9 3 】

なお、本発明において、フィラーとして使用するのに最も好ましいものは、葉状シリカ２次粒子であるが、葉状シリカ２次粒子を使用する場合は、これと他の層状ポリケイ酸やマイカ、タルク等の鱗片状粒子を混合して使用してもよい。なお、鱗片状粒子からなるフィラー全体の３０質量％以下であれば、コロイダルシリカで置き換えて使用することができる。

## 【 0 0 9 4 】

また、当該組成物中の総固形分（有機高分子物質＋葉状シリカ２次粒子等）に対する葉状シリカ２次粒子等の比率としては、耐汚れ性の優れた、強靱な被膜が得られるという事から、１～９０質量％が好ましく、２～８０質量％がより好ましい。１質量％未満では、葉状シリカ２次粒子等の添加による上記効果が、実質的に小さくなり、９０質量％を越えると、被膜が不透明となり、下地のタイルの色や絵柄が見えにくくなり、被膜の柔軟性も大幅に低下してしまう。

## 【 0 0 9 5 】

上記の好ましい範囲の葉状シリカ２次粒子等を含有する被膜の表面を、低温酸素プラズマ灰化处理して、有機高分子物質を灰化除去して、葉状シリカ２次粒子等の存在状態をＳＥＭで観察したところ、葉状シリカ２次粒子等が、タイル面とほぼ平行的に配向して、積層し、葉状シリカ２次粒子等の重なりが、タイル表面を被覆している状態が、明確に観察できる。

## 【 0 0 9 6 】

本発明のフロアーポリッシュ被膜においては、当該被膜中に鱗片状粒子、例えば層状ポリケイ酸が含有され、特に好ましくは、鱗片状シリカの薄片からなる葉状シリカ２次粒子等が含有されており、これに起因して本発明の被膜は、この上を多数の人が通行し、絶え間なく靴の踏圧が加わる場合でも、従来のポリッシュ

塗膜に比較して、破損や汚染されにくいと云う特徴を有する。これは、このような葉状シリカ 2 次粒子等の重なり被覆が、被膜への汚れの侵入を、極めて効果的に遮断するためと思われる。

## 【 0 0 9 7 】

(ポリッシュ用組成物の塗布方法及び乾燥方法)

葉状シリカ 2 次粒子等を含有する本発明のポリッシュ用組成物のプラスチック製タイル表面への塗布方法及び乾燥方法としては、特段のものではなく、通常行われているようにポリッシュ液塗布用のモップを用いて人手で塗布し、室温で乾燥するという方法が採用される。

## 【 0 0 9 8 】

なお、実験室的に、小さなプラスチック製タイル試験片にポリッシュ用組成物を塗布する方法としては、バーコーターや刷毛などを用いて塗布し、室温で乾燥する方法がとられる。

## 【 0 0 9 9 】

本発明における塗布方法は、常法に従いポリッシュ液塗布用のモップなどを用いて複数回（通常 1 5 回以内）に分けて、重ねて塗布するのが好ましい。

## 【 0 1 0 0 】

1 回ごとの塗布量としては、固形分（有機高分子物質＋葉状シリカ 2 次粒子等）として、 $1 \sim 10 \text{ g/m}^2$  を塗布し、室温で乾燥して被膜とする。乾燥した塗膜の上に同様にして塗膜を形成しさらに乾燥する操作を繰り返す。操作回数は特に限定するものではないが、一般的には上記のごとく 1 5 回以内程度繰り返すのである。

## 【 0 1 0 1 】

有機高分子物質及び葉状シリカ 2 次粒子等からなる当該ポリッシュ液の被膜は、総固形分（有機高分子物質＋葉状シリカ 2 次粒子等）に対する、フィラーである葉状シリカ 2 次粒子等の比率が大きくなるほど被膜の硬度（J I S K 5 4 0 0 による塗料試験法における鉛筆硬度試験）が、向上し、かつ、基材への塗膜の密着性（J I S K 5 4 0 0 による塗料試験法における碁盤目剥離試験）が、高いレベルを示すため好ましい。但し、葉状シリカ 2 次粒子等の比率が大きくなる

と、被膜の透明性及び光沢性が低下する傾向があり、美感が損なわれるという問題が生ずる。

【0102】

上記問題は、先に本発明者らが提案した以下の方法により極めて効果的に解決することができる。

第一の方法は、被膜の透明性及び光沢性を所望のレベルまで高めるために複数回に分けて塗布・乾燥されて形成された有機高分子物質及び葉状シリカ2次粒子等からなる被膜の上に、さらに上記の葉状シリカ2次粒子を含有する被膜中の有機高分子物質と同種又は異種の水性エマルション状態の有機高分子物質を含有する液を塗布・乾燥して、上塗り被膜を形成させる事により、上記の欠点である塗膜の透明性及び光沢性が大幅に改善されるというものである（特願平2000-139659号）。

【0103】

これは、鱗片状シリカ等を含有するフローポリッシュ被膜の上に、有機高分子物質から実質的になる透明な上塗り層を設けて、当該フローポリッシュ被膜の透明性を高めた被膜とするものである。ここで実質的とは、架橋剤、可塑剤、界面活性剤、消泡剤、レベリング剤等を当該被膜の透明性を阻害しない範囲で、例えば5質量%未満程度の範囲で含有していてもよいことを意味する。

【0104】

第二の方法は、水性エマルション状態の有機高分子物質に対し、平均粒子径を1 $\mu$ m未満と小さくした葉状シリカ2次粒子等を含有する水スラリーを配合したポリッシュ用組成物とするものである。この場合、塗布・乾燥されて形成される有機高分子物質及び葉状シリカ2次粒子等からなる被膜は、第一の方法のように、水性エマルション状態の有機高分子物質を上塗りすることなしに、透明性及び光沢性の高い被膜が得られるという特徴を有する（特願2000-206264号）。

【0105】

これら二つの方法により、被膜の透明性及び光沢性が大幅に向上するメカニズムは、不明であるが、おそらく、葉状シリカ2次粒子等と透明な有機高分子物質

からなる被膜中の細孔の容積が低減する効果及び／又は被膜表面の凹凸の低減による光の散乱の減少という二つの作用により透明性が大幅に向上され、かつ、光沢性を有する被膜が得られると推察される。

#### 【0106】

(ポリッシュ用被膜の塗布後の安定化までの所要期間)

例えば床タイルに汎用されるポリ塩化ビニル樹脂製のタイルに、従来のポリッシュ液（すなわち、鱗片状粒子を含有しない有機高分子物質の水性エマルジョンからなるポリッシュ液）が、複数回塗り重ねられて形成された被膜の場合は、すでに述べたように、最初は、耐ヒールマーク性（靴で踏圧されたときの汚れやすさの指標）などの耐汚れ性の発現が十分でなく、日数の経過とともに耐ヒールマーク性などの耐汚れ性が向上して安定化するまでのキュアリングと称する期間が、約10日程度が必要であった。このため、その間は、ヒールマークが特につきやすいので、床面上の被膜のメンテナンスを特に注意深く行う必要があり、極めて大変であった。

#### 【0107】

これに対し、本発明の葉状シリカ2次粒子等が配合されたポリッシュ用組成物においては、当該葉状シリカ2次粒子等が、被膜内で、床面に平行に配向して積層したフィラーとして存在することにより、強靱な被膜が形成される。このため、被膜層が安定化する日数の経過を待つ必要は、実質的に不要であり、塗布・乾燥の直後に、安定化した被膜が得られるので、被膜のメンテナンスが最初から容易であるという大きな特徴があることが見出された。

#### 【0108】

(ポリッシュ用組成物の下地タイルへの浸透防止効果及び目止め効果並びに本発明のポリッシュ被膜の膜質について)

すでに述べたように、床タイルに汎用されるポリ塩化ビニル樹脂製タイル等では、当該タイル表面は、多孔質であり、多数の微小孔が存在するのが一般的である。従来の有機高分子物質の水性エマルジョンのみからなるポリッシュ液をタイル表面に塗布すると、当該水性エマルジョンが、タイル表面からタイル内部に浸透する。本発明者らが当該タイルの縦断面のSEMにより検討したところによれ

ば、この浸透厚みは、通常数十 $\mu\text{m}$ 程度であることがわかった。このように液が浸透しタイル内部にしみ込んだポリッシュ液は、本来の機能を発揮できないため無駄となってしまうのみならず、また、タイル表面に近い塗膜層の表面平滑性も低下してしまうという問題があった。

#### 【0109】

これに対し、本発明の葉状シリカ2次粒子等を含有するポリッシュ用組成物においては、従来のポリッシュ液では不可避であったポリッシュ液のタイル内部への浸透が実質的に減少する。これは、葉状シリカ2次粒子等を含有しない単なる被膜の場合に比較して、葉状シリカ2次粒子等を含有する被膜の場合は、当該葉状2次粒子等が床表面上に接して配向し重なりあって存在することと、及び表面に多数の微小な凹凸を有するタイル表面との間に形成される当該粒子を含有せしめた被膜は、当該微細な凹凸表面への密着性及び被覆性を大幅に向上させうるため、ポリッシュ液のタイル内部への進入が大幅に減少するものと推察される。すなわち、本発明のポリッシュ用組成物を塗布した場合においては、ポリッシュ液がタイル内部には、実質的に浸透することが少なく、また、タイル表面に近い塗膜層の表面平滑性も良いことが、SEMによる破断面および塗膜表面の観察で確認されている。

#### 【0110】

また、本発明の葉状シリカ2次粒子等を含有するポリッシュ被膜において極めて特筆すべきは、後記実施例において詳述するごとく、通常、下地にポリッシュ被膜を形成しその割断面をSEM観察した場合、下地であるタイル表面上の葉状シリカ2次粒子等を含有する被膜が形成されている部分が、従来の被膜と異なり、明瞭には下地層と識別できないことである。すなわち、言わば、タイルを形成する樹脂コンパウンドと被膜を形成する樹脂コンパウンドが見掛け上その境界を認識できない程完全に一体化・均質化した被膜が形成されているのである。そして葉状シリカ2次粒子等の含有量が高くなるほどその一体化の傾向は顕著になる。このように、本発明の葉状シリカ2次粒子等を配合したフローアポリッシュ被膜は、その膜質が下地と一体化した強靱な被膜であるため、耐摩耗性、耐擦傷性、耐ヒールマーク性等が大幅に向上するものと考えられる。

## 【 0 1 1 1 】

なお、後記比較例におけるフィラーを配合しない被膜の場合やフィラーとしてコロイダルシリカ等を配合した被膜の場合は、SEM観察上、いずれもタイル下地の上に、明瞭に下地層と識別できる下地と異質な被膜が形成されているのが通例であり、上記本発明の被膜とは膜質的にも著しい対照をなしていることが認められる。かかる従来の被膜が、下地と密着性が低く、また耐摩耗性等が低いのは当然予想されることである。

## 【 0 1 1 2 】

さらにまた、床タイルの下地のコンクリート面が湿り気を帯びている場合などは、従来のポリッシュ液を塗布する際に、タイルとタイルのわずかな間隙部分の上の塗膜部分が、下地からの水分と汚れに上昇によって、変色してしまう現象が起こる場合が多いが、本発明のポリッシュ液においては、このような場合においても、液中に配合されている葉状シリカ2次粒子等がタイルとタイルのわずかな間隙部分に対しても顕著な目止め効果を発揮して、タイル間のわずかな間隙部分の上の塗膜の変色現象を効果的に防止できるという大きな特徴があることも判明した。

## 【 0 1 1 3 】

## 【実施例】

以下、本発明を実施例により詳細に説明する。

（フロアポリッシュ被膜の耐汚染性及び耐傷つき性の評価方法）

一般にフロアポリッシュ被膜の評価方法としては、その基本物性試験法として、JIS K 3 9 2 0に定められたフロアーポリッシュ試験法が適用できる。

## 【 0 1 1 4 】

本発明においては、上記基本物性試験だけでなく、より実際に近い環境での評価試験をも行った。すなわち、実際のスーパーマーケットの店舗内のポリ塩化ビニル製床タイルに、ポリッシュ用組成物を塗布・乾燥して硬化形成させ後、その被膜の上を、スーパーマーケットの客が頻繁に通行したり、カートが往来するという日常的な条件下で、フィールドテストを実施した。その間、閉店後の時間帯で、上記したメンテナンス作業の中の毎日のケア作業（中性洗剤の稀薄水溶液に

よる被膜面の洗浄、室温乾燥する作業) だけを実施して、3ヶ月後の床面の状況を肉眼観察及び光沢性を光沢計で測定する評価方法を適用し、被膜の耐汚染性及び耐傷つき性を評価した。

## 【0115】

また、比較のために、葉状シリカ2次粒子を含有しない従来の水性エマルション状態の有機高分子物質からなるポリッシュ液を使用した場合とを、メンテナンス作業の条件を合わせ、毎日のケア作業だけを実施する試験も併せて行った。

まず、合成例1～5において、配合する葉状シリカ2次粒子の製造を行った。

## 【0116】

〔合成例1〕（ヒドロゲルを出発原料とするシリカ3次凝集体粒子の製造）

出発原料のシリカヒドロゲルは、ケイ酸ナトリウムをアルカリ源として次のようにして調整した。 $\text{SiO}_2 / \text{Na}_2\text{O} = 3.0$ （モル比）、 $\text{SiO}_2$  濃度21.0質量%であるケイ酸ナトリウム水溶液2000ml/minと、硫酸濃度20.0質量%の硫酸水溶液とを、放出口を備えた容器内に別個の導入口から導入して瞬間的に均一混合して、放出口から空中に放出される液のpHが7.5～8.0になるように2液の流量比を調整し、均一混合されたシリカゾル液を放出口から連続的に空気中に放出させた。放出された液は、空気中で球形液滴となり、放物線を描いて約1秒間滞空する間に空中でゲル化した。落下地点には、水を張った熟成槽を置いておき、ここに落下せしめて熟成させた。

## 【0117】

熟成後、pHを6に調整し、さらに十分水洗して、シリカヒドロゲルを得た。得られたシリカヒドロゲル粒子は、球形の粒子形状であり、平均粒子径が6mmであった。このシリカヒドロゲル粒子中の $\text{SiO}_2$  質量に対する水の質量比率は、4.55倍であり、シリカヒドロゲル粒子中の残存ナトリウムは、110ppmであった。

## 【0118】

上記シリカヒドロゲル粒子を、ダブルロールクラッシャーを用いて平均粒子径2.5mmに粗粉碎して、次工程の水熱処理工程に用いた。

## 【0119】

容量50000mlのオートクレーブ（電気加熱式、アンカー型攪拌羽根付き）に、系内の総 $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ モル比が12.0なるように、上記粒径2.5mmのシリカヒドロゲル（ $\text{SiO}_2$  18質量%）23.7kg及びケイ酸ナトリウム水溶液（ $\text{SiO}_2$  28.75質量%、 $\text{Na}_2\text{O}$  9.3質量%、 $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}=3.17$ （モル比））5.5kgを仕込み、これにイオン交換水を10.7kgを加え、50rpmで攪拌しながら185℃で8時間水熱処理を行った。系内の総シリカ濃度は、 $\text{SiO}_2$ として15質量%であった。

## 【0120】

水熱処理後のスラリーは、濾布式縦型遠心分離機（東興機械社製、TU-18型）を用いて濾過水洗を行い、有姿含水率69.7質量%（固形分濃度30.3質量%）のシリカの湿ケーキを得た。

## 【0121】

上記湿ケーキに水を添加してリパルプし、 $\text{SiO}_2$ 濃度7.0質量%のシリカのスラリーとした。このスラリーのpHは、6.4であり、シリカスラリー中のナトリウムの濃度は、50ppmであった。次にこのシリカのスラリーを媒体流動層乾燥機（大川原製作所製、SFD-MINI型）を用いて、熱風温度300℃で乾燥し、5.6kgの乾燥微粉末を得た。

## 【0122】

粉末X線回折スペクトルにより生成微粉末についての生成相の同定を行ったところ、X線回折スペクトルとして、ASTMカード番号16-0380に該当する $2\theta=4.9^\circ$ 及び $26.0^\circ$ の主ピークを特徴とするシリカ-Xの主ピーク以外にASTMカード番号31-1234、37-0386に該当するピークが認められた。

## 【0123】

また、この微粉末の吸油量（JIS K5101）を測定したところ、110ml/100gであった。

生成粒子の形態をTEMで観察したところ、鱗片状の薄片1次粒子が互いに面間が平行的に配向し、複数枚重なって葉状シリカ2次粒子が形成されていることが観察された。



## 【 0 1 2 4 】

一方、生成粒子の形態をSEMで観察したところ、上記1次粒子は識別できず、上記の葉状シリカ2次粒子が1次粒子であるかのごとくに観察された。当該葉状粒子の形状は鱗片状であり、これが不規則に重なり合って多数の間隙（空隙またはポケット）を有するシリカ3次凝集体粒子が形成されていることが観察された。これが本発明におけるシリカ3次凝集体粒子である。

## 【 0 1 2 5 】

この微粉末（シリカ3次凝集体粒子）の平均粒子径をコールターカウンター（コールターエレクトロニクス社製、MAII型、アパーチャーチューブ径 $50\mu\text{m}$ （以下の合成例2～4において同じ））を用いて測定したところ、 $6.1\mu\text{m}$ であった。

## 【 0 1 2 6 】

【合成例2】（ヒドロゲルを出発原料とするシリカ3次凝集体粒子の製造）

出発原料のシリカヒドロゲルは、 $\text{NaOH}$ をアルカリ源として次のようにして調整した。 $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}=3.0$ （モル比）、 $\text{SiO}_2$ 濃度21.0質量%であるケイ酸ナトリウム水溶液 $2000\text{ml}/\text{min}$ と、硫酸濃度20.0質量%の硫酸水溶液とを、放出口を備えた容器内に別個の導入口から導入して瞬間的に均一混合して、放出口から空中に放出される液のpHが7.5～8.0になるように2液の流量比を調整し、均一混合されたシリカゾル液を放出口から連続的に空気中に放出させた。放出された液は、空気中で球形液滴となり、放物線を描いて約1秒間滞空する間に空中でゲル化した。落下地点には、水を張った熟成槽を置いておき、ここに落下せしめて熟成させた。

## 【 0 1 2 7 】

熟成後、pHを6に調整し、さらに十分水洗して、シリカヒドロゲルを得た。得られたシリカヒドロゲル粒子は、球形の粒子形状であり、平均粒子径が $6\mu\text{m}$ であった。このシリカヒドロゲル粒子中の $\text{SiO}_2$ 質量に対する水の質量比率は、4.38倍であり、シリカヒドロゲル粒子中の残存ナトリウムは、 $112\text{ppm}$ であった。

## 【 0 1 2 8 】

上記シリカヒドロゲル粒子を、ダブルロールクラッシャーを用いて平均粒子径2.5mmに粗粉碎して、次工程の水熱処理工程に用いた。

## 【0129】

容量5000mlのオートクレーブ（電気加熱式、アンカー型攪拌羽根付き）に、系内の総 $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ モル比が11.0なるように、上記粒径2.5mmのシリカヒドロゲル（ $\text{SiO}_2$  18.6質量%）2688g及び水酸化ナトリウム水溶液（ $\text{NaOH}$  48.5質量%）126gを仕込み、これにイオン交換水を1186gを加え、種晶0.5gを添加して、20rpmで攪拌しながら180℃で12時間水熱処理を行った。系内の総シリカ濃度は、 $\text{SiO}_2$ として12.5質量%であった。

## 【0130】

水熱処理後のスラリーは、濾布式縦型遠心分離機（東興機械社製、TU-18型）を用いて濾過水洗を行い、有姿含水率66.7質量%（固形分濃度33.3質量%）のシリカの湿ケーキを得た。

## 【0131】

上記湿ケーキに水を添加してリパルプし、 $\text{SiO}_2$ 濃度7.0質量%のシリカのスラリーとした。このスラリーのpHは、6.4であり、このシリカスラリー中のナトリウム濃度は、80ppmであった。次に、このシリカスラリーを媒体流動層乾燥機（大川原製作所製、SFD-MINI型）を用いて、熱風温度300℃で乾燥し、408gの乾燥微粉末を得た。

## 【0132】

生成微粉末を粉末X線回折スペクトルにより生成微粉末についての生成相の同定を行ったところ、X線回折スペクトルとして、ASTMカード番号31-1233に該当する $2\theta=5.6^\circ$ 及び $25.8^\circ$ の主ピークを特徴とするシリカ-Yの主ピーク以外にASTMカード番号35-63、25-1332に該当するピークが認められた。

## 【0133】

また、この微粉末の吸油量（JIS K5101）を測定したところ、100ml/100gであった。

生成粒子の形態をTEMで観察したところ、鱗片状の薄片1次粒子が互いに面間が平行的に配向し、複数枚重なって葉状シリカ2次粒子が形成されていることが観察された。

## 【0134】

一方、生成粒子の形態をSEMで観察したところ、上記1次粒子は識別できず、上記の葉状シリカ2次粒子が1次粒子であるかのごとくに観察された。当該葉状粒子の形状は鱗片状であり、これが不規則に重なり合って多数の間隙（空隙またはポケット）を有するシリカ3次凝集体粒子が形成されていることが観察された。

## 【0135】

また、この微粉末の平均粒子径をコールターカウンター（コールターエレクトロニクス社製、MAII型）を用いて測定したところ、 $6.5\mu\text{m}$ であった。

## 【0136】

〔合成例3〕（合成例1の湿ケーキからスラリー状の葉状シリカ2次粒子の製造）

合成例1に示した遠心分離機による濾過・水洗後の湿ケーキ $1000\text{g}$ （固形分濃度：30.3質量%）に水 $1020\text{g}$ を加えてリパルプし、固形分15質量%のシリカスラリーを調製した。このスラリーの状態では、コールターカウンターによる平均粒径は $7.2\mu\text{m}$ であり、B型粘度計による粘度は、 $0.010\text{Pa}\cdot\text{s}$ であった。また、このスラリーのpHは、6.4であった。

## 【0137】

次にこのスラリーのpHが、水性エマルション状態の有機高分子物質からなるポリッシュ液のpHに一致するように、微量の水酸化ナトリウム水溶液を添加して、当該スラリーのpHを8.5に調整した後、このスラリーを媒体攪拌ビーズミル（シンマルエンタープライゼズ社製、ダイノミルKDL-PILOT A型（ベッセル容量 $1.4\text{L}$ 、直径 $0.5\text{mm}$ ジルコニアビーズ80%充填））でシャフト回転数 $3400\text{rpm}$ 、流量 $30\text{L/h}$ で1回通過させ、シリカ3次凝集体粒子の解砕・分散化を行った。

## 【0138】

解砕・分散化後のスラリー中の微粒子のコールターカウンターによる平均粒子径は  $1.6\ \mu\text{m}$  であった。このスラリーの固形分濃度は 15 質量% である。また、このスラリーの粘度を、B 型粘度計で測定したところ、 $0.45\ \text{Pa}\cdot\text{s}$  であり、pH は、8.5 であった。このスラリーを後記実施例 3 に用いた。

## 【0139】

次に、当該スラリー中の微粒子の状態に近い乾燥された葉状シリカ 2 次粒子の物性を調べるため、以下の方法で乾燥粉末を得た。

## 【0140】

当該スラリーは、乾燥により極めて凝集しやすいという特異な性質を有しているため、単分散された乾燥粉末を得るには、極めて薄い濃度の水スラリーにして凝集を防ぎながら乾燥をする必要がある。

## 【0141】

すなわち、当該スラリー（固形分濃度 15 質量%）に水を添加して希釈し、固形分濃度 0.3 質量% にスラリー濃度を調整した。

## 【0142】

当該スラリーを小型のスプレッドライヤー（ヤマト科学社製、GA32 型）を用いて、スラリー供給量  $1.7\ \text{ml}/\text{min}$ 、噴霧圧力  $0.3\ \text{MPa (G)}$ 、熱風温度  $130^\circ\text{C}$  で噴霧乾燥を行い乾燥微粉末を得た。

得られた乾燥微粉末のコールターカウンターによる平均粒径は、 $1.9\ \mu\text{m}$  であった。

## 【0143】

この微粉末を SEM で観察したところ、シリカ 3 次凝集体粒子は、実質的に認められず、これは、互いに独立に存在する本発明における葉状シリカ 2 次粒子から実質的になっていることが判明した。また、SEM 観察によるこの 2 次粒子のアスペクト比の平均値は、約 50 であった。

## 【0144】

この微粉末を念のため粉末 X 線回折スペクトルにより生成相の同定を行ったところ、X 線回折スペクトルとして、ASTM カード番号 16-0380 に該当する  $2\theta = 4.9^\circ$  及び  $26.0^\circ$  の主ピークを特徴とするシリカー X の主ピーク

以外に A S T M カード番号 3 1 - 1 2 3 4、3 7 - 0 3 8 6 に該当するピークが認められ、解砕前の同じものであることが確認された。

【 0 1 4 5 】

生成粒子の形態を T E M で観察したところ、鱗片状の薄片 1 次粒子が互いに面間が平行的に配向し、複数枚重なって互いに独立して存在する本発明における葉状シリカ 2 次粒子が形成されていることが観察された。

【 0 1 4 6 】

また、この微粉末をエポキシ樹脂に埋包し、ウルトラミクロトームで超薄切片を作成して、T E M で観察したところ、1 次粒子の厚みは、1 ~ 1 0 n m と極めて薄いことがわかった。

【 0 1 4 7 】

当該微粉末の B E T 法細孔分布測定装置（日本ベル社製、ベルソープ 2 8 型）による細孔容積は 0. 1 2 m l / g、比表面積は、6 5 m<sup>2</sup> / g であり、細孔分布曲線では 3. 6 n m 付近にメソ細孔領域の鋭い大きなピークが認められた。

【 0 1 4 8 】

また、当該微粉末の赤外吸収スペクトル（ニコレージャパン社製、F T - I R 5 1 0 型）測定では、3 6 0 0 ~ 3 7 0 0 c m<sup>-1</sup>、3 4 0 0 ~ 3 5 0 0 c m<sup>-1</sup> にそれぞれひとつの吸収帯を持つシラノール基が認められた。

【 0 1 4 9 】

また、シラノール基（S i O H）の量を、1 2 0 ℃・2 時間での乾燥減量と 1 2 0 0 ℃・3 時間での加熱減量との差（W 質量%とする。）からシリカ単位質量当たりのシラノール基（S i O H）= W × 1 1 1 1. 1（μ m o l / g）の計算式により求めると、3 6 5 0 μ m o l / g であり、B E T 法による比表面積当たりでは、5 6. 2 μ m o l / m<sup>2</sup> という大きな値を示した。

【 0 1 5 0 】

耐熱性については、空気雰囲気下、5 0 0 ~ 1 0 0 0 ℃で、S E M による観察では、特段の変化は認められなかった。

【 0 1 5 1 】

酸水溶液及びアルカリ水溶液に対する 2 0 ℃での飽和溶解度については、溶解

$\text{SiO}_2$  濃度は、10質量%、 $\text{HCl}$ 水溶液に対しては、0.008質量%、イオン交換水に対しては、0.006質量%、5質量% $\text{NaOH}$ 水溶液に対しては、0.55質量%、10質量% $\text{NaOH}$ 水溶液に対しては、0.79質量%であった。特に耐アルカリに関しては、例えばシリカゲルに比較すると非常に小さな溶解度であった（シリカゲルの場合、3質量% $\text{NaOH}$ 水溶液に対しても溶解度は、6.5質量%である）。

## 【0152】

〔合成例4〕（合成例2の湿ケーキからスラリー状の葉状シリカ2次粒子の製造）

合成例2に示した遠心分離機による濾過・水洗後の湿ケーキを用いて合成例3と同様に、媒体攪拌ビーズミル（シンマルエンタープライゼズ社製、ダイノミルKDL-PILOT A型（ベッセル容量1.4L、直径0.5mmジルコニアビーズ80%充填））でシャフト回転数3400rpm、流量30L/hで1回通過させ、シリカ3次凝集体粒子の解砕・分散化を行い、固形分濃度15質量%の葉状シリカ2次粒子の水スラリーを得た。このスラリーのpHは、6.4であった。

## 【0153】

このスラリーのpHが、水性エマルション状態の有機高分子物質からなるポリッシュ液のpHに一致するように、微量の水酸化ナトリウム水溶液を添加して、当該スラリーのpHを8.5に調整した。当該スラリー中の微粒子のコルターカウンターによる平均粒子径は1.7 $\mu\text{m}$ であった。このスラリーの固形分濃度は、15質量%である。また、このスラリーの粘度を、B型粘度計で測定したところ、0.40Pa $\cdot$ sであった。このpH8.5に調整したスラリーを実施例4に用いた。

## 【0154】

〔合成例5〕（合成例1の湿ケーキからスラリー状の葉状シリカ2次粒子の製造）

合成例1に示した遠心分離機による濾過・水洗後の湿ケーキに水を添加して固形分濃度14質量%に調整したシリカ3次凝集体水スラリーを用いて、媒体攪拌

ビーズミル（シンマルエンタープライゼズ社製、ダイノーミルKDL-PILLOT A型（ベッセル容量1.4 L、直径0.5 mmジルコニアビーズ70%充填））でシャフト回転数3400 rpm、流量10 L/hで3回通過させ、シリカ3次凝集体粒子の解砕・分散化を行い、固形分濃度14質量%の葉状シリカ2次粒子の水スラリーを得た。このスラリーのpHは、6.4であった。

## 【0155】

次にこのスラリーのpHが、水性エマルジョン状態の有機高分子物質からなるポリッシュ液のpHに一致するように、微量の水酸化ナトリウム水溶液を添加して、当該スラリーのpHを8.5に調整した。当該スラリー中の微粒子のレーザー回折／散乱式粒度分布測定装置（堀場製作所社製、LA-920型）による平均粒子径は、0.54  $\mu\text{m}$ であった。このスラリーの固形分濃度は、14質量%である。また、このスラリーの粘度を、B型粘度計で測定したところ、0.15 Pa·sであった。このpH8.5に調整したスラリーを、実施例1、実施例2及、実施例5及び実施例6に用いた。

## 【0156】

次に、当該スラリー中の微粒子の状態に近い乾燥された葉状シリカ2次粒子の物性を調べるため、以下の方法で乾燥粉末を得た。得られた乾燥粉末のレーザー回折／散乱式粒度分布測定装置による平均粒子径は、0.8  $\mu\text{m}$ であった。

## 【0157】

当該スラリーは、上記したように乾燥により極めて凝集しやすいという特異な性質を有しているため、単分散された乾燥粉末を得るには、極めて薄い濃度の水スラリーにして凝集を防ぎながら乾燥をする必要がある。

## 【0158】

当該スラリー（固形分濃度14質量%）に水を添加し、固形分濃度0.1質量%にスラリー濃度を調整した。

当該スラリーを小型のスプレードライヤー（ヤマト科学社製、GA32型）を用いて、スラリー供給量1.7 ml/min、噴霧圧力0.3 MPa（G）、熱風温度130℃で噴霧乾燥を行い乾燥微粉末を得た。

## 【0159】

この微粉末をSEMで観察したところ、シリカ3次凝集体粒子は、実質的に認められず、これは、互いに独立に存在する本発明における葉状シリカ2次粒子から実質的になっていることが判明した。また、SEMで観察される葉状シリカ2次粒子のアスペクト比の平均値は、約40であった。

## 【0160】

## 〔実施例1〕

(1) 合成例5に記載した方法を繰り返して得られた媒体攪拌ビーズミルで処理した固形分濃度14質量%の葉状シリカ2次粒子のスラリー（pHは、8.5、レーザー回折／散乱式粒度分布測定装置による平均粒子径は、 $0.54\mu\text{m}$ ）2.76Kgと、アクリル（メタクリレート）樹脂成分、ウレタン樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルジョン状態のフロアーポリッシュ液（ジェイ・エス・ピー社製、商品名：COMFORT UHS、pH8.5、固形分濃度17.4質量%）20.0Kgとを、攪拌機付き容器に入れ、十分攪拌混合して葉状シリカ2次粒子を配合したフロアーポリッシュ用組成物を調製した。この組成物の固形分換算の質量比率は、樹脂：シリカ分＝90：10であり、pHは8.5であった。

## 【0161】

(2) ある大型スーパーマーケット店の店内の食品売場通路の床面で塗布試験を行った。

すなわち、ポリ塩化ビニル製床タイル（アキレス社製、コンポジションビニル床タイル、商品名：ベネス50-311（白地グレー系色柄））である寸法304.8mm×304.8mm×3.2mmのタイルを敷き詰めた床面に、従来のポリッシュ液を剥離・洗浄・乾燥した後に、上記の葉状シリカを配合したポリッシュ液を、床タイルへのポリッシュ液の塗布専用のモップを用いて、人手で床タイル上に4回に分けて塗布した。塗布するごとに、約1時間の室温乾燥時間を設けた。1回ごとの塗布量は、固形分換算で、 $2\sim 3\text{g}/\text{m}^2$ であった。

## 【0162】

塗布・乾燥後は、被膜に機械的な磨き操作（バフ研磨（バーニッシング））を加えた。磨き操作後の被膜の初期の外観は、高い光沢性を示し、塗膜は、タイル



の色柄が良く見える透明な塗膜であった。

【 0 1 6 3 】

(3) なお、上記被膜の硬度については、塩化ビニル製タイル上に塗布された被膜の状態では、基材であるタイルが軟らかい事とタイル表面の凹凸が存在するために、鉛筆硬度試験法 (J I S K 5 4 0 0) により、当該被膜の鉛筆硬度を正確に測定する事は、実質的に不可能である。

そこで、被膜自体の硬度を実験室的に正確に測定する方法として、以下の測定方法を適用した。

【 0 1 6 4 】

基材としてガラス板 (ソーダライムガラス、7 0 m m × 1 5 0 m m × 2 m m 厚) 用意し、パーコーター塗り法 (J I S K 5 4 0 0) によって、# 8 0 パーコーター (江藤器械社製) を用いて、ガラス板上に当該ポリッシュ液を、固形分換算量で  $2 0 \text{ g} / \text{m}^2$  塗布した後、室温で 2 4 時間乾燥させ、試験片とした。

【 0 1 6 5 】

この試験片を用いて、上記被膜の硬度及び基材への密着性を、J I S K 5 4 0 0 の塗料試験法に記載されている鉛筆硬度試験及び碁盤目剥離試験によって測定した (以下の実施例及び比較例においては、同じ測定方法を適用した)。

鉛筆硬度は、B であり、碁盤目剥離試験における評価点数は、1 0 点であった。

【 0 1 6 6 】

また、表面に被膜を形成させたタイルを、液体窒素で冷却し切断して、切断面を S E M で観察した。有機高分子物質と葉状シリカ 2 次粒子からなる被膜は、タイル内部には浸透しておらず、タイル表面の微細な凹凸と被膜の界面における密着性がよい均質な被膜が形成されており、顕著な目止め効果が発現されている事が確認された。

【 0 1 6 7 】

なお特徴的であるのは、この切断面の S E M 観察によれば、下地であるタイル表面上の葉状シリカ 2 次粒子を含有する被膜が形成されている部分が明瞭には下地と識別できないことである。言わば、タイルを形成する樹脂コンパウンドと被

膜を形成する樹脂コンパウンドが見掛け上その境界を認識できない程完全に一体化し、下地層と区別困難な均質な被膜が形成されているのである。このように、本発明の葉状シリカ2次粒子等を配合したフローポリッシュ被膜は、その膜質が従来と本質的に異なる下地と一体化した強靱な被膜であるため、耐摩耗性や耐擦傷性が大幅に向上するものと考えられる。

## 【0168】

また、タイル表面に形成された被膜の表面を、100Wで10分間、低温酸素プラズマ灰化处理して、有機高分子物質を灰化除去して、葉状シリカ2次粒子の存在状態をSEMで観察したところ、葉状シリカ2次粒子が、積層し、葉状シリカ2次粒子の重なりが、タイル表面を被覆している状態が、明確に観察された。

## 【0169】

(4) 被膜を塗布した床は、スーパーマーケットの多数の客が、毎日11時間床面上を通行し、また、カートも常時往来する環境にさらされた。閉店後のメンテナンス作業としては、毎日ケア作業（中性洗剤の稀薄水溶液による被膜面の洗浄、室温乾燥する作業）だけを実施して、3ヶ月後の床面の状況を肉眼観察及び光沢性を光沢計で測定した。

## 【0170】

被膜は、塗布・乾燥後の最初の時点から、耐ヒールマーク性などの耐汚れ性が、安定して発現されており、毎日のケア作業において、被膜に付着した汚れは、モップで容易に除去できた。また日数の経過とともに汚れが蓄積してくる様子は、全く認められなかった。

## 【0171】

3ヶ月経過後の床面の被膜の肉眼観察評価点及び携帯式光沢計（日本電色工業社製、PG-1M型）による測定値（測定角度60度）を、表1に示した。

## 【0172】

## 〔実施例2〕

(1) 合成例5に記載した方法を繰り返して得られた媒体攪拌ピーズミルで処理した固形分濃度14質量%スラリー（pH8.5、レーザー回折／散乱式粒度分布測定装置による平均粒子径は、0.54 $\mu$ m）3.65Kgと、アクリル（メ

タクリレート)樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルション状態のフロアーポリッシュ液(ジェイ・エス・ピー社製、商品名:PRIMODUAL、pH 8.46、固形分濃度23.0質量%)20.0Kgとを、攪拌機付き容器に入れ、十分攪拌混合して葉状シリカ2次粒子を配合したフロアーポリッシュ用組成物を調製した。この組成物の固形分換算の質量比率は、樹脂:シリカ分=90:10であり、pHは、8.5であった。

## 【0173】

(2) 実施例1と同じスーパーマーケット店の店内のおもちゃ売場通路の床面で塗布試験を行った。

すなわち、ポリ塩化ビニル製床タイル(アキレス社製コンポジションビニル床タイル、商品名:ベネス50-311(白地グレー系色柄))である寸法304.8mm×304.8mm×3.2mmのタイルを敷き詰めた床に、従来のポリッシュ液を剥離・洗浄・乾燥した後に、上記の葉状シリカ2次粒子を含有するポリッシュ液を、床タイルへのポリッシュ液の塗布専用のモップを用いて、人手で床タイル上に4回に分けて塗布した。塗布するごとに、約1時間の室温乾燥時間を設けた。1回ごとの塗布量は、固形分換算で、 $2\sim 3\text{ g/m}^2$ であった。

## 【0174】

塗布・乾燥後は、被膜に機械的な磨き操作を加えた。磨き操作後の被膜の初期の外観は、高い光沢性を示し、塗膜は、タイルの色柄が良く見える透明な塗膜であった。

## 【0175】

(3) 被膜の硬度及び基材への密着性については、実施例1に示したと同じ方法による鉛筆硬度試験及び碁盤目剥離試験によって測定したところ、鉛筆硬度は、Hであり、碁盤目剥離試験における評価点数は、10点であった。

## 【0176】

また、表面に被膜を形成させたタイルを、液体窒素で冷却し切断して、切断面をSEMで観察した。有機高分子物質と葉状シリカ2次粒子からなる被膜は、実施例1と同様にタイル内部には浸透しておらず、タイル表面の微細な凹凸と被膜の界面における密着性がよく下地と均質な被膜が形成されており、顕著な目止め

効果が発現されている事が確認された。

【0177】

この切断面のSEM観察によれば、実施例1の被膜と同様に、下地であるタイル表面上の葉状シリカ2次粒子を含有する被膜が形成されている部分は、明瞭には下地と識別できなかった。すなわちこの場合においても、下地のタイルと被膜は見掛け上その境界をほとんど認識できない程完全に一体化し、下地層と区別することが困難な均質な被膜が形成されていることが確認された。

【0178】

また、タイル表面に形成された被膜の表面を、100Wで10分間、低温酸素プラズマ灰化处理して、有機高分子物質を灰化除去して、葉状シリカ2次粒子の存在状態をSEMで観察したところ、葉状シリカ2次粒子が、積層し、葉状シリカ2次粒子の重なりが、タイル表面を被覆している状態が、明確に観察された。

【0179】

(4) 被膜を塗布した床は、スーパーマーケットの多数の客が、毎日11時間床面を通行し、また、カートも常時往来する環境にさらされた。閉店後のメンテナンス作業としては、毎日ケア作業（中性洗剤の稀薄水溶液による被膜面の洗浄、室温乾燥する作業）だけを実施して、3ヶ月後の床面の状況を肉眼観察及び光沢性を光沢計で測定した。

【0180】

被膜は、塗布・乾燥後の最初の時点から、耐ヒールマーク性などの耐汚れ性が、安定して発現されており、毎日のケア作業において、被膜に付着した汚れは、モップで容易に除去できた。また日数の経過とともに汚れが蓄積してくる様子は、全く認められなかった。

【0181】

3ヶ月経過後の床面の被膜の肉眼観察評価点及び携帯式光沢計（日本電色工業社製、PG-1M型）による測定値（測定角度60度）を、表1に示した。

【0182】

〔実施例3〕

(1) 合成例3に記載した方法を繰り返して得られた媒体攪拌ビーズミルで処理

した固形分濃度 15 質量%スラリー (pH 8.5、コールターカウンターによる平均粒子径  $1.6 \mu\text{m}$ ) 23.2 Kg と、アクリル (メタクリレート) 樹脂成分、ウレタン樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルジョン状態のフロアポリッシュ液 (ジェイ・エス・ピー社製、商品名: COMFORT UHS、固形分濃度 17.4 質量%) 20.0 Kg とを、攪拌機付き容器に入れ、十分攪拌混合して葉状シリカ 2 次粒子を配合したフロアポリッシュ用組成物を調製した。この組成物の固形分換算の質量比率は、樹脂:シリカ分 = 50:50 であり、pH は、8.5 であった。

## 【0183】

(2) 実施例 1 と同じスーパーマーケット店の店内のレジスター列のあるレジスター間の床面で塗布試験を行った。

すなわち、ポリ塩化ビニル製床タイル (アキレス社製コンポジションビニル床タイル、商品名: ベネス 50-311 (白地グレー系色柄)) である寸法  $304.8 \text{ mm} \times 304.8 \text{ mm} \times 3.2 \text{ mm}$  のタイルを敷き詰めた床に、従来のポリッシュ液を剥離・洗浄・乾燥した後に、上記の葉状シリカを含有するポリッシュ液を、床タイルへのポリッシュ液の塗布専用のモップを用いて、人手で床タイル上に 4 回に分けて塗布した。塗布するごとに、約 1 時間の室温乾燥時間を設けた。1 回ごとの塗布量は、固形分換算で、 $2 \sim 3 \text{ g/m}^2$  であった。

## 【0184】

(3) 被膜の硬度及び基材への密着性については、実施例 1 に示したと同じ方法による鉛筆硬度試験及び碁盤目剥離試験によって測定したところ、鉛筆硬度は、F であり、碁盤目剥離試験における評価点数は、10 点であった。

## 【0185】

(4) なお、上記の葉状シリカ 2 次粒子含有塗膜だけでは、被膜の光沢性及び透明性が不足しているので、上記塗膜の上に、さらに、葉状シリカを含有しないポリッシュ液であるアクリル (メタクリレート) 樹脂成分、ウレタン樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルジョン状態のフロアポリッシュ液 (ジェイ・エス・ピー社製、商品名: COMFORT UHS、固形分濃度 17.4 質量%) を、2 回に分けて塗布した。塗布するごとに約 1 時間の室温乾燥時間を設けた。

1 回ごとの塗布量は、固形分換算で、 $2 \sim 3 \text{ g/m}^2$  であった。

【0 1 8 6】

さらに、塗布・乾燥後は、被膜に機械的な磨き操作を加えた。磨き操作後の被膜の初期の外観は、高い光沢性を示し、塗膜は、タイルの色柄が良く見える透明な塗膜であった。

【0 1 8 7】

また、表面に被膜を形成させたタイルを、液体窒素で冷却し切断して、切断面を SEM で観察した。有機高分子物質と葉状シリカ 2 次粒子からなる被膜は、実施例 1 とほぼ同様にタイル内部には浸透しておらず、タイル表面の微細な凹凸と被膜の界面における密着性がよい下地と均質な被膜が形成されており、顕著な目止め効果が発現されている事が確認された。

【0 1 8 8】

この切断面の SEM 観察によれば、実施例 1 の被膜と同様に、下地のタイルと被膜は見掛け上その境界をほとんど認識できない程完全に一体化し、下地層と区別することが困難な均質な被膜が形成されていることが確認された。

【0 1 8 9】

さらに、タイル表面に形成された被膜の表面を、1 0 0 W で 1 0 分間、低温酸素プラズマ灰化处理して、有機高分子物質を灰化除去して、葉状シリカ 2 次粒子の存在状態を SEM で観察したところ、葉状シリカ 2 次粒子が、積層し、葉状シリカ 2 次粒子の重なりが、タイル表面を被覆している状態が、明確に観察された。

【0 1 9 0】

(5) 被膜を塗布した床は、スーパーマーケットの多数の客が、毎日 1 1 時間床面を通行したり、カートが常時往来する環境にさらされた。閉店後のメンテナンス作業としては、毎日ケア作業（中性洗剤の稀薄水溶液による被膜面の洗浄、室温乾燥する作業）だけを実施して、3 ヶ月後の床面の状況を肉眼観察及び光沢性を光沢計で測定した。

【0 1 9 1】

この被膜は、塗布・乾燥後の最初の時点から、耐ヒールマーク性などの耐汚れ

性が、安定して発現されており、毎日のケア作業において、被膜に付着した汚れは、モップで容易に除去できた。また日数の経過とともに汚れが蓄積してくる様子は、全く認められなかった。

#### 【0192】

3ヶ月経過後の床面の被膜の肉眼観察評価点及び携帯式光沢計（日本電色工業社製、PG-1M型）による測定値（測定角度60度）を、表1に示した。

#### 【0193】

##### 〔実施例4〕

(1) 合成例4に記載した方法を繰り返して得られた媒体攪拌ビーズミルで処理した固形分濃度15質量%スラリー（pH8.5、コールターカウンターによる平均粒子径 $1.7\mu\text{m}$ ）23.2Kgと、アクリル（メタクリレート）樹脂成分、ウレタン樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルジョン状態のフロアポリッシュ液（ジェイ・エス・ピー社製、商品名：COMFORT UHS、固形分濃度17.4質量%）20.0Kgとを、攪拌機付き容器に入れ、十分攪拌混合して葉状シリカ2次粒子を配合したフロアポリッシュ用組成物とした。この組成物の固形分換算の質量比率は、樹脂：シリカ分＝50：50であり、pHは、8.5であった。

#### 【0194】

(2) 実施例3と同様なレジスター間の床面で塗布試験を行った。

すなわち、ポリ塩化ビニル製床タイル（アキレス社製コンポジションビニル床タイル、商品名：ベネス50-311（白地グレー系色柄））である寸法304.8mm×304.8mm×3.2mmのタイルを敷き詰めた床に、従来のポリッシュ液を剥離・洗浄・乾燥した後に、上記の葉状シリカを含有するポリッシュ液を、床タイルへのポリッシュ液の塗布専用のモップを用いて、人手で床タイル上に4回に分けて塗布した。塗布するごとに、約1時間の室温乾燥時間を設けた。1回ごとの塗布量は、固形分換算で、 $2\sim 3\text{ g/m}^2$ であった。

#### 【0195】

(3) 被膜の硬度及び基材への密着性については、実施例1に示したと同じ方法による鉛筆硬度試験及び碁盤目剥離試験によって測定したところ、鉛筆硬度は、

Fであり、碁盤目剥離試験における評価点数は、10点であった。

【0196】

(4) また、上記の葉状シリカ2次粒子含有塗膜だけでは、被膜の光沢性及び透明性が不足しているので、上記塗膜の上に、さらに、葉状シリカを含有しないポリッシュ液であるアクリル（メタクリレート）樹脂成分、ウレタン樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルジョン状態のフロアポリッシュ液（ジェイ・エス・ピー社製、商品名：COMFORT UHS、固形分濃度17.4質量%）を、2回に分けて塗布した。塗布するごとに約1時間の室温乾燥時間を設けた。1回ごとの塗布量は、固形分換算で、 $2 \sim 3 \text{ g/m}^2$  であった。

【0197】

さらに、塗布・乾燥後は、被膜に機械的な磨き操作を加えた。磨き操作後の被膜の初期の外観は、高い光沢性を示し、塗膜は、タイルの色柄が良く見える透明な塗膜であった。

【0198】

また、表面に被膜を形成させたタイルを、液体窒素で冷却し切断して、切断面をSEMで観察した。有機高分子物質と葉状シリカ2次粒子からなる被膜は、実施例1とほぼ同様にタイル内部には浸透しておらず、タイル表面にタイル表面の微細な凹凸と被膜の界面における密着性がよい下地と均質な被膜が形成されており、顕著な目止め効果が発現されている事が確認された。

【0199】

この切断面のSEM観察によれば、実施例1の被膜と同様に、下地のタイルと被膜は見掛け上その境界をほとんど認識できない程完全に一体化し、下地層と区別することが困難な均質な被膜が形成されていることが確認された。

【0200】

さらに、タイル表面に形成された被膜の表面を、100Wで10分間、低温酸素プラズマ灰化处理して、有機高分子物質を灰化除去して、葉状シリカ2次粒子の存在状態をSEMで観察したところ、葉状シリカ2次粒子が、積層し、葉状シリカ2次粒子の重なりが、タイル表面を被覆している状態が、明確に観察された。



## 【0201】

(5) 被膜を塗布した床は、スーパーマーケットの多数の客が、毎日11時間床面を通行したり、カートが常時往来する環境にさらされた。閉店後のメンテナンス作業としては、毎日ケア作業（中性洗剤の稀薄水溶液による被膜面の洗浄、室温乾燥する作業）だけを実施して、3ヶ月後の床面の状況を肉眼観察及び光沢性を光沢計で測定した。

## 【0202】

この被膜は、塗布・乾燥後の最初の時点から、耐ヒールマーク性などの耐汚れ性が、安定して発現されており、毎日のケア作業において、被膜に付着した汚れは、モップで容易に除去できた。また日数の経過とともに汚れが蓄積してくる様子は、全く認められなかった。

## 【0203】

3ヶ月経過後の床面の被膜の肉眼観察評価点及び携帯式光沢計（日本電色工業社製、PG-1M型）による測定値（測定角度60度）を、表1に示した。

## 【0204】

## 【実施例5】

(1) 合成例5に記載した方法を繰り返して得られた媒体攪拌ビーズミルで処理した固形分濃度14質量%スラリー（pH8.5、レーザー回折／散乱式粒度分布測定装置による平均粒子径は、 $0.54\mu\text{m}$ ）37.7Kgと、アクリル（メタクリレート）樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルション状態のフロアポリッシュ液（ジェイ・エス・ピー社製、商品名：ACHIEVE、pH8.45、固形分濃度17.6質量%）20.0Kgとを、攪拌機付き容器に入れ、十分攪拌混合して葉状シリカ2次粒子を配合したフロアポリッシュ用組成物（これを、A液とする。）とした。この組成物の固形分換算の質量比率は、樹脂：シリカ分＝40：60であり、pHは、8.5であった。

## 【0205】

次に、合成例5に記載した媒体攪拌ビーズミルで処理した固形分濃度14質量%スラリー（レーザー回折／散乱式粒度分布測定装置による平均粒子径は、 $0.54\mu\text{m}$ ）2.79Kgと、アクリル（メタクリレート）樹脂成分、スチレン樹

脂成分を含む水性エマルジョン状態のフロアポリッシュ液（ジェイ・エス・ピー社製、ACHIEVE、固形分濃度 17.6 質量%）20.0 Kg とを、攪拌機付き容器に入れ、十分攪拌混合して葉状シリカ 2 次粒子を配合したフロアポリッシュ用組成物（これを、B 液とする。）を用意した。この組成物の固形分換算の質量比率は、樹脂：シリカ分 = 90：10 である。

## 【0206】

（2）実施例 1 と同じスーパーマーケット店内のカート置場の床面で塗布試験を行った。

すなわち、ポリ塩化ビニル製床タイル（アキレス社製コンポジションビニル床タイル、商品名：ベネス 50-311（白地グレー系色柄））である寸法 304.8 mm × 304.8 mm × 3.2 mm のタイルを敷き詰めた床に、従来のポリッシュ液を剥離・洗浄・乾燥した後に、上記の葉状シリカ 2 次粒子を含有するポリッシュ液である上記 A 液を、床タイルへのポリッシュ液の塗布専用のモップを用いて、人手で床タイル上に 2 回に分けて塗布した。塗布するごとに、約 1 時間の室温乾燥時間を設けた。1 回ごとの塗布量は、固形分換算で、 $2 \sim 3 \text{ g/m}^2$  であった。

## 【0207】

（3）被膜の硬度及び基材への密着性については、実施例 1 に示したと同じ方法による鉛筆硬度試験及び碁盤目剥離試験によって測定したところ、鉛筆硬度は、5H であり、碁盤目剥離試験における評価点数は、10 点であった。

## 【0208】

（4）次に、上記 A 液からなる被膜の上に、葉状シリカ 2 次粒子を含有するフロアポリッシュ液である B 液を、床タイルへのポリッシュ液の塗布専用のモップを用いて、人手で床タイル上に 2 回に分けて塗布した。塗布するごとに、約 1 時間の室温乾燥時間を設けた。1 回ごとの塗布量は、固形分換算で、 $2 \sim 3 \text{ g/m}^2$  であった。

## 【0209】

塗布・乾燥後は、被膜に機械的な磨き操作を加えた。磨き操作後の被膜の初期の外観は、光沢性があり、塗膜は、タイルの色柄が見える塗膜であった。

【 0 2 1 0 】

(5) 上記被膜表面の硬度及び基材への密着性を、実施例 1 に示したと同じ方法による鉛筆硬度試験及び基盤目剥離試験によって測定したところ、鉛筆硬度は、H であり、基盤目剥離試験における評価点数は、10 点であった。

【 0 2 1 1 】

また、表面に被膜を形成させたタイルを、液体窒素で冷却し切断して、切断面を SEM で観察した。有機高分子物質と葉状シリカ 2 次粒子からなる被膜は、実施例 1 とほぼ同様にタイル内部には浸透しておらず、タイル表面の微細な凹凸と被膜の界面における密着性がよい下地と均質な被膜が形成されており、顕著な目止め効果が発現されている事が確認された。

【 0 2 1 2 】

この切断面の SEM 観察によれば、実施例 1 の被膜と同様に、下地のタイルと被膜は見掛け上その境界をほとんど認識できない程完全に一体化し、下地層と区別することが困難な均質な被膜が形成されていることが確認された。

【 0 2 1 3 】

また、タイル表面に形成された被膜の表面を、100W で 10 分間、低温酸素プラズマ灰化处理して、有機高分子物質を灰化除去して、葉状シリカ 2 次粒子の存在状態を SEM で観察したところ、葉状シリカ 2 次粒子が、積層し、葉状シリカ 2 次粒子の重なりが、タイル表面を被覆している状態が、明確に観察された。

【 0 2 1 4 】

(6) 被膜を塗布した床は、スーパーマーケットの多数の客が、毎日 11 時間、カートを出し入れする置場の環境にさらされた。閉店後のメンテナンス作業としては、毎日ケア作業（中性洗剤の稀薄水溶液による被膜面の洗浄、室温乾燥する作業）だけを実施して、3 ヶ月後の床面の状況を肉眼観察及び光沢性を光沢計で測定した。

【 0 2 1 5 】

この被膜は、塗布・乾燥後の最初の時点から、耐汚れ性が、安定して発現されており、毎日のケア作業において、被膜に付着した汚れは、モップで容易に除去できた。被膜の傷がやや認められたが、後記比較例 5 に較べると格段に少なかった。

た。

#### 【0216】

3ヶ月経過後の床面の被膜の肉眼観察評価点及び携帯式光沢計（日本電色工業社製、PG-1M型）による測定値（測定角度60度）を、表1に示した。

#### 【0217】

##### 〔実施例6〕

(1) 合成例5に記載した方法を繰り返して得られた媒体攪拌ビーズミルで処理した固形分濃度14質量%スラリー（pH8.5、レーザー回折／散乱式粒度分布測定装置による平均粒子径は、 $0.54\mu\text{m}$ ）1.31Kgと、アクリル（メタクリレート）樹脂成分、ウレタン樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルジョン状態のフロアポリッシュ液（ジェイ・エス・ピー社製、商品名：COMFORT UHS、固形分濃度17.4質量%）20.0Kgとを、攪拌機付き容器に入れ、十分攪拌混合してフロアポリッシュ用組成物とした。この組成物の固形分換算の質量比率は、樹脂：シリカ分＝95：5であり、pHは、8.5であった。

#### 【0218】

(2) 実施例1と同じスーパーマーケット店内の食品売場通路の床面で塗布試験を行った。

すなわち、ポリ塩化ビニル製床タイル（アキレス社製コンポジションビニル床タイル、商品名：ベネス50-311（白地グレー系色柄））である寸法304.8mm×304.8mm×3.2mmのタイルを敷き詰めた床に、従来のポリッシュ液を剥離・洗浄・乾燥した後に、上記の葉状シリカ2次粒子を含有するポリッシュ液を、床タイルのポリッシュ液の塗布専用のモップを用いて、人手で床タイル上に6回に分けて塗布した。塗布するごとに、約1時間の室温乾燥時間を設けた。1回ごとの塗布量は、固形分換算で、 $2\sim 3\text{g}/\text{m}^2$ であった。塗布・乾燥後は、被膜に機械的な磨き操作を加えた。磨き操作後の被膜の初期の外観は、高い光沢性を示し、塗膜は、タイルの色柄が良く見える透明な塗膜であった。

#### 【0219】

(3) 被膜の硬度及び基材への密着性については、実施例1に示したと同じ方法

による鉛筆硬度試験及び碁盤目剥離試験によって測定したところ、鉛筆硬度は、2 Bであり、碁盤目剥離試験における評価点数は、1 0点であった。

#### 【0 2 2 0】

また、表面に被膜を形成させたタイルを、液体窒素で冷却し切断して、切断面をSEMで観察した。有機高分子物質と葉状シリカ2次粒子からなる被膜は、実施例1とほぼ同様にタイル内部には浸透しておらず、タイル表面の微細な凹凸と被膜の界面における密着性がよい下地と均質な被膜が形成されており、顕著な目止め効果が発現されている事が確認された。

#### 【0 2 2 1】

この切断面のSEM観察によれば、実施例1の被膜と同様に、下地のタイルと被膜は見掛け上その境界をほとんど認識できない程完全に一体化し、下地層と区別することが困難な均質な被膜が形成されていることが確認された。

#### 【0 2 2 2】

また、タイル表面に形成された被膜の表面を、1 0 0 Wで1 0分間、低温酸素プラズマ灰化处理して、有機高分子物質を灰化除去して、葉状シリカ2次粒子の存在状態をSEMで観察したところ、葉状シリカ2次粒子が、積層し、葉状シリカ2次粒子の重なりが、タイル表面を被覆している状態が、明確に観察された。

#### 【0 2 2 3】

(4) 被膜を塗布した床は、スーパーマーケットの多数の客が、毎日1 1時間床面を通行し、また、カートも常時往来する環境にさらされた。閉店後のメンテナンス作業としては、毎日ケア作業（中性洗剤の稀薄水溶液による被膜面の洗浄、室温乾燥する作業）だけを実施して、3ヶ月後の床面の状況を肉眼観察及び光沢性を光沢計で測定した。

#### 【0 2 2 4】

この被膜は、塗布・乾燥後の最初の時点から、耐ヒールマーク性などの耐汚れ性が、安定して発現されており、毎日のケア作業において、被膜に付着した汚れは、モップで容易に除去できた。また日数の経過とともに汚れが蓄積してくる様子は、全く認められなかった。

#### 【0 2 2 5】

3ヶ月経過後の床面の被膜の肉眼観察評価点及び携帯式光沢計（日本電色工業社製、PG-1M型）による測定値（測定角度60度）を、表1に示した。

【0226】

〔実施例7〕

(1) マイカの微粒子（トピー工業社製の合成マイカ、商品名PDM-9WA、コールターカウンターによる平均粒子径：6.31 $\mu$ m、アスペクト比：約30）0.18Kgと、アクリル（メタクリレート）樹脂成分、ウレタン樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルジョン状態のフロアポリッシュ液（ジェイ・エス・ピー社製、商品名：COMFORT UHS、固形分濃度17.4質量%）20.0Kgとを、攪拌機付き容器に入れ、十分攪拌混合してフロアポリッシュ用組成物とした。この組成物の固形分換算の質量比率は、樹脂：マイカ=95：5である。

【0227】

(2) 実施例1と同じスーパーマーケット店内の食品売場通路の床面で塗布試験を行った。

すなわち、ポリ塩化ビニル製床タイル（アキレス社製コンポジションビニル床タイル、商品名：ベネス50-311（白地グレー系色柄））である寸法304.8mm $\times$ 304.8mm $\times$ 3.2mmのタイルを敷き詰めた床に、従来のポリッシュ液を剥離・洗浄・乾燥した後に、上記のマイカを含有するポリッシュ液を、床タイルのポリッシュ液の塗布専用のモップを用いて、人手で床タイル上に6回に分けて塗布した。塗布するごとに、約1時間の室温乾燥時間を設けた。1回ごとの塗布量は、固形分換算で、2~3g/m<sup>2</sup>であった。塗布・乾燥後は、被膜に機械的な磨き操作を加えた。磨き操作後の被膜の初期の外観は、高い光沢性を示し、塗膜は、タイルの色柄が良く見える透明な塗膜であった。

【0228】

(3) 被膜の硬度及び基材への密着性については、実施例1に示したと同じ方法による鉛筆硬度試験及び碁盤目剥離試験によって測定したところ、鉛筆硬度は、2Bであり、碁盤目剥離試験における評価点数は、10点であった。

【0229】

(4) 被膜を塗布した床は、スーパーマーケットの多数の客が、毎日11時間床面を通行し、また、カートも常時往来する環境にさらされた。閉店後のメンテナンス作業としては、毎日ケア作業（中性洗剤の稀薄水溶液による被膜面の洗浄、室温乾燥する作業）だけを実施して、3ヶ月後の床面の状況を肉眼観察及び光沢性を光沢計で測定した。

## 【0230】

3ヶ月経過後の床面の被膜の肉眼観察評価点及び携帯式光沢計（日本電色工業社製、PG-1M型）による測定値（測定角度60度）を、表1に示した。

## 【0231】

## 〔実施例8〕

(1) タルクの微粒子（福岡タルク工業所社製、商品名T-M70Y、コールターカウンターによる平均粒子径：5.60 $\mu$ m、アスペクト比：約20）0.183Kgと、アクリル（メタクリレート）樹脂成分、ウレタン樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルジョン状態のフロアポリッシュ液（ジェイ・エス・ピー社製、商品名：COMFORT UHS、固形分濃度17.4質量%）20.0Kgとを、攪拌機付き容器に入れ、十分攪拌混合してフロアポリッシュ用組成物とした。この組成物の固形分換算の質量比率は、樹脂：タルク＝95：5である。

## 【0232】

(2) 実施例1と同じスーパーマーケット店内の食品売場通路の床面で塗布試験を行った。

すなわち、ポリ塩化ビニル製床タイル（アキレス社製コンポジションビニル床タイル、商品名：ベネス50-311（白地グレー系色柄））である寸法304.8mm×304.8mm×3.2mmのタイルを敷き詰めた床に、従来のポリッシュ液を剥離・洗浄・乾燥した後に、上記のタルクを含有するポリッシュ液を、床タイルのポリッシュ液の塗布専用のモップを用いて、人手で床タイル上に6回に分けて塗布した。塗布するごとに、約1時間の室温乾燥時間を設けた。1回ごとの塗布量は、固形分換算で、2～3g/m<sup>2</sup>であった。塗布・乾燥後は、被膜に機械的な磨き操作を加えた。磨き操作後の被膜の初期の外観は、高い光沢性

を示し、塗膜は、タイルの色柄が良く見える透明な塗膜であった。

【 0 2 3 3 】

(3) 被膜の硬度及び基材への密着性については、実施例 1 に示したと同じ方法による鉛筆硬度試験及び碁盤目剥離試験によって測定したところ、鉛筆硬度は、2 B であり、碁盤目剥離試験における評価点数は、1 0 点であった。

【 0 2 3 4 】

(4) 被膜を塗布した床は、スーパーマーケットの多数の客が、毎日 1 1 時間床面を通行し、また、カートも常時往来する環境にさらされた。閉店後のメンテナンス作業としては、毎日ケア作業（中性洗剤の稀薄水溶液による被膜面の洗浄、室温乾燥する作業）だけを実施して、3 ヶ月後の床面の状況を肉眼観察及び光沢性を光沢計で測定した。

【 0 2 3 5 】

3 ヶ月経過後の床面の被膜の肉眼観察評価点及び携帯式光沢計（日本電色工業社製、PG-1M 型）による測定値（測定角度 6 0 度）を、表 1 に示した。

【 0 2 3 6 】

〔比較例 1〕

(1) 実施例 1 と同じ食品売場通路の床に葉状シリカ 2 次粒子を含有しないポリッシュ液であるアクリル（メタクリレート）樹脂成分、ウレタン樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルジョン状態のフロアポリッシュ液（ジェイ・エス・ピー社製、商品名：COMFORT UHS、固形分濃度 1 7 . 4 質量％）を、4 回に分けて塗布した。塗布するごとに約 1 時間の室温乾燥時間を設けた。1 回ごとの塗布量は、実施例 1 と同様に固形分換算で、 $2 \sim 3 \text{ g/m}^2$  であった。

【 0 2 3 7 】

塗布・乾燥後は、被膜に機械的な磨き操作を加えた。磨き操作後の被膜の初期の外観は、高い光沢性を示し、塗膜は、タイルの色柄が良く見える透明な塗膜であった。

【 0 2 3 8 】

(2) 被膜の硬度及び基材への密着性については、実施例 1 に示したと同じ方法による鉛筆硬度試験及び碁盤目剥離試験によって測定したところ、鉛筆硬度は、



2Bであり、碁盤目剥離試験における評価点数は、10点であった。

【0239】

また、表面に被膜を形成させたタイルを、液体窒素で冷却し切断して、切断面をSEMで観察した。有機高分子物質が、タイル表面から内部に、数十 $\mu$ m程度まで浸透しており、また、タイル表面の微細な凹凸と被膜の界面での融合一体化の状態が認められず、目止め効果が実質的にない事が確認された。

【0240】

このようにフィラーを配合しない被膜の場合は、SEM観察上、タイル下地の上に、明瞭に下地層と識別できる異質な被膜が、界面と密着せず融合一体化していない状態で形成されているだけであり、かかる被膜が下地と密着性が低く、また耐摩耗性や耐擦傷性等が低いのは当然予想されることである。なお、フィラーとしてコロイダルシリカを配合した被膜の場合も、やはり同様に下地層と識別できる異質な被膜が形成されていることが認められるだけであった。

【0241】

(3) 被膜を塗布した床は、スーパーマーケットの多数の客が、毎日11時間床面を通行し、また、カートも常時往来する環境にさらされた。閉店後のメンテナンス作業としては、毎日ケア作業（中性洗剤の稀薄水溶液による被膜面の洗浄、室温乾燥する作業）だけを実施して、3ヶ月後の床面の状況を肉眼観察及び光沢性を光沢計で測定した。

【0242】

この被膜は、塗布乾燥直後の時点では、耐ヒールマーク性などの耐汚れ性の発現が不十分であり、日数の経過とともに向上したものの、充分安定化するまでに約2週間程度を要した。

【0243】

毎日のケア作業において、被膜に付着した汚れは、モップで容易に除去できないものが、日数の経過とともに蓄積してくる様子が、明確に認められた。また、被膜表面の傷も目立った。

【0244】

3ヶ月経過後の床面の被膜の肉眼観察評価点及び携帯式光沢計（日本電色工業

社製、PG-1M型)による測定値(測定角度60度)を、同じく表1に示した。

【0245】

〔比較例2〕

(1) 実施例2と同じおもちゃ売場通路の床面に葉状シリカ2次粒子を含有しないポリッシュ液であるアクリル(メタクリレート)樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルジョン状態のフロアポリッシュ液(ジェイ・エス・ピー社製、PURIMODUAL、固形分濃度23.0質量%)を、4回に分けて塗布した。塗布するごとに約1時間の室温乾燥時間を設けた。1回ごとの塗布量は、実施例2と同様に固形分換算で、 $2 \sim 3 \text{ g/m}^2$ であった。

【0246】

塗布・乾燥後は、被膜に機械的な磨き操作を加えた。磨き操作後の被膜の初期の外観は、高い光沢性を示し、塗膜は、タイルの色柄が良く見える透明な塗膜であった。

【0247】

(2) 被膜の硬度及び基材への密着性については、実施例1に示したと同じ方法による鉛筆硬度試験及び碁盤目剥離試験によって測定したところ、鉛筆硬度は、Bであり、碁盤目剥離試験における評価点数は、10点であった。

【0248】

(3) 被膜を塗布した床は、スーパーマーケットの多数の客が、毎日11時間床面を通行し、また、カートも常時往来する環境にさらされた。閉店後のメンテナンス作業としては、毎日ケア作業(中性洗剤の稀薄水溶液による被膜面の洗浄、室温乾燥する作業)だけを実施して、3ヶ月後の床面の状況を肉眼観察及び光沢性を光沢計で測定した。

【0249】

この被膜は、塗布乾燥直後の時点から、耐ヒールマーク性などの耐汚れ性の発現が不十分であり、日数の経過とともに向上したものの、充分安定化するまでに約2週間程度を要した。

【0250】

毎日のケア作業において、被膜に付着した汚れは、モップで容易に除去できないものが、日数の経過とともに蓄積してくる様子が、明確に認められた。また、被膜表面の傷も目立った。。

【 0 2 5 1 】

3ヶ月経過後の床面の被膜の肉眼観察評価点及び携帯式光沢計（日本電色工業社製、PG-1M型）による測定値（測定角度60度）を、同じく表1に示した。

【 0 2 5 2 】

〔比較例3〕

（1）実施例3と同様な隣接するレジスター列のあるレジスター間の同様な床面に葉状シリカ2次粒子を含有しないポリッシュ液であるアクリル（メタクリレート）樹脂成分、ウレタン樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルジョン状態のフロアポリッシュ液（ジェイ・エス・ピー社製、商品名：COMFORT UHS、固形分濃度17.4質量%）を、6回に分けて塗布した。塗布するごとに約1時間の室温乾燥時間を設けた。1回ごとの塗布量は、実施例3と同様な固形分換算で、 $2 \sim 3 \text{ g/m}^2$ であった。

【 0 2 5 3 】

塗布・乾燥後は、被膜に機械的な磨き操作を加えた。磨き操作後の被膜の初期の外観は、高い光沢性を示し、塗膜は、タイルの色柄が良く見える透明な塗膜であった。

【 0 2 5 4 】

（2）被膜の硬度及び基材への密着性については、実施例1に示したと同じ方法による鉛筆硬度試験及び碁盤目剥離試験によって測定したところ、鉛筆硬度は、2Bであり、碁盤目剥離試験における評価点数は、10点であった。

【 0 2 5 5 】

（3）被膜を塗布した床は、スーパーマーケットの多数の客が、毎日11時間床面を通行したり、カートが常時往来する環境にさらされた。閉店後のメンテナンス作業としては、毎日ケア作業（中性洗剤の稀薄水溶液による被膜面の洗浄、室温乾燥する作業）だけを実施して、3ヶ月後の床面の状況を肉眼観察及び光沢性

を光沢計で測定した。

【 0 2 5 6 】

この被膜は、塗布乾燥直後の時点から、耐ヒールマーク性などの耐汚れ性の発現が不十分であり、日数の経過とともに向上し安定化するのに約 2 週間程度を要した。

【 0 2 5 7 】

また毎日のケア作業において、被膜に付着した汚れは、モップで容易に除去できないものが、日数の経過とともに蓄積してくる様子が、明確に認められた。

3 ヶ月経過後の床面の被膜の肉眼観察評価点及び携帯式光沢計（日本電色工業社製、PG-1M 型）による測定値（測定角度 60 度）を、同じく表 1 に示した。

【 0 2 5 8 】

〔比較例 4〕

（1）実施例 4 と同様な隣接するレジスター列のあるレジスター間の同様な床に葉状シリカ 2 次粒子を含有しないポリッシュ液であるアクリル（メタクリレート）樹脂成分、ウレタン樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルション状態のフロアポリッシュ液（ジェイ・エス・ピー社製、商品名：COMFORT UHS、固形分濃度 17.4 質量％）を、6 回に分けて塗布した。塗布するごとに約 1 時間の室温乾燥時間を設けた。1 回ごとの塗布量は、実施例 4 と同様な固形分換算で、 $2 \sim 3 \text{ g/m}^2$  であった。

【 0 2 5 9 】

塗布・乾燥後は、被膜に機械的な磨き操作を加えた。磨き操作後の被膜の初期の外観は、高い光沢性を示し、塗膜は、タイルの色柄が良く見える透明な塗膜であった。

【 0 2 6 0 】

（2）被膜の硬度及び基材への密着性については、実施例 1 に示したと同じ方法による鉛筆硬度試験及び碁盤目剥離試験によって測定したところ、鉛筆硬度は、2B であり、碁盤目剥離試験における評価点数は、10 点であった。

【 0 2 6 1 】

（3）被膜を塗布した床は、スーパーマーケットの多数の客が、毎日 11 時間床

面を通行したり、カートが常時往来する環境にさらされた。閉店後のメンテナンス作業としては、毎日ケア作業（中性洗剤の稀薄水溶液による被膜面の洗浄、室温乾燥する作業）だけを実施して、3ヶ月後の床面の状況を肉眼観察及び光沢性を光沢計で測定した。

## 【0262】

被膜は、塗布乾燥直後の時点から、耐ヒールマーク性などの耐汚れ性の発現が不十分であり、日数の経過とともに向上したものの、安定化するのに約2週間程度を要した。

## 【0263】

毎日のケア作業において、被膜に付着した汚れは、モップで容易に除去できないものが、日数の経過とともに蓄積してくる様子が、明確に認められた。

3ヶ月経過後の床面の被膜の肉眼観察評価点及び携帯式光沢計（日本電色工業社製、PG-1M型）による測定値（測定角度60度）を、同じく表1に示した。

## 【0264】

## 〔比較例5〕

（1）実施例5と同様なカート置場の床に葉状シリカ2次粒子を含有しないポリッシュ液であるアクリル（メタクリレート）樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルジョン状態のフロアポリッシュ液（ジェイ・エス・ピー社製、ACHIEVE、固形分濃度17.6質量%）を、4回に分けて塗布した。塗布するごとに約1時間の室温乾燥時間を設けた。1回ごとの塗布量は、実施例5と同様な固形分換算で、 $2\sim 3\text{ g/m}^2$ であった。

## 【0265】

塗布・乾燥後は、被膜に機械的な磨き操作を加えた。磨き操作後の被膜の初期の外観は、高い光沢性を示し、塗膜は、タイルの色柄が良く見える透明な塗膜であった。

## 【0266】

（2）被膜の硬度及び基材への密着性については、実施例1に示したと同じ方法による鉛筆硬度試験及び碁盤目剥離試験によって測定したところ、鉛筆硬度は、

HBであり、碁盤目剥離試験における評価点数は、10点であった。

【0267】

(2) 被膜を塗布した床は、スーパーマーケットの多数の客が、毎日11時間床面にカートを常時出し入れする環境にさらされた。閉店後のメンテナンス作業としては、毎日ケア作業（中性洗剤の稀薄水溶液による被膜面の洗浄、室温乾燥する作業）だけを実施して、1ヶ月後の床面の状況を肉眼観察及び光沢性を光沢計で測定した。

【0268】

この被膜は、塗布乾燥直後の時点から、耐ヒールマーク性などの耐汚れ性の発現が不十分で、日数の経過とともに向上したものの、充分安定化するのに約2週間程度を要した。

【0269】

毎日のケア作業において、被膜に付着した汚れは、モップで容易に除去できないものが、日数の経過とともに顕著に蓄積してくる様子が認められた。また、被膜の傷の増加も著しく、被膜の剥離も明確に認められた。

【0270】

3ヶ月経過後の床面の被膜の肉眼観察評価点及び携帯式光沢計（日本電色工業社製、PG-1M型）による測定値（測定角度60度）を、同じく表1に示した。

【0271】

〔比較例6〕

(1) 実施例6と同じ食品売場通路の床に葉状シリカ2次粒子を含有しないポリッシュ液であるアクリル（メタクリレート）樹脂成分、ウレタン樹脂成分、スチレン樹脂成分を含む水性エマルジョン状態のフロアポリッシュ液（ジェイ・エス・ピー社製、商品名：COMFORT UHS、固形分濃度17.4質量%）を、6回に分けて塗布した。塗布するごとに約1時間の室温乾燥時間を設けた。1回ごとの塗布量は、実施例6と同様に固形分換算で、 $2\sim 3\text{ g/m}^2$ であった。

【0272】

塗布・乾燥後は、被膜に機械的な磨き操作を加えた。磨き操作後の被膜の初期

の外観は、高い光沢性を示し、塗膜は、タイルの色柄が良く見える透明な塗膜であった。

【0273】

(2) 被膜の硬度及び基材への密着性については、実施例1に示したと同じ方法による鉛筆硬度試験及び碁盤目剥離試験によって測定したところ、鉛筆硬度は、2Bであり、碁盤目剥離試験における評価点数は、10点であった。

【0274】

(3) 被膜を塗布した床は、スーパーマーケットの多数の客が、毎日11時間床面を通行し、また、カートも常時往来する環境にさらされた。閉店後のメンテナンス作業としては、毎日ケア作業（中性洗剤の稀薄水溶液による被膜面の洗浄、室温乾燥する作業）だけを実施して、3ヶ月後の床面の状況を肉眼観察及び光沢性を光沢計で測定した。

【0275】

この被膜は、塗布乾燥直後の時点から、耐ヒールマーク性などの耐汚れ性が、発現が不十分であり、日数の経過とともに向上したものの、充分安定化するのに約2週間程度を要した。

【0276】

毎日のケア作業において、被膜に付着した汚れは、モップで容易に除去できないものが、日数の経過とともに蓄積してくる様子が、明確に認められた。また、被膜表面の傷も目立った。

【0277】

3ヶ月経過後の床面の被膜の肉眼観察評価点及び携帯式光沢計（日本電色工業社製、PG-1M型）による測定値（測定角度60度）を、同じく表1に示した。

【0278】

【表 1】

	肉眼観察による評価点	光沢計による光沢値
実施例 1	1	6 2
比較例 1	3	5 0
実施例 2	1	6 7
比較例 1	3	4 8
実施例 3	1	5 1
比較例 3	3	3 5
実施例 4	1	4 8
比較例 4	3	3 7
実施例 5	2	3 3
比較例 5	4	1 0
実施例 6	1	7 0
実施例 7	2	5 1
実施例 8	2	4 9
比較例 6	3	4 5

【 0 2 7 9 】

(注：) 表中の 3 ヶ月経過後の肉眼観察による床面の被膜の評価は、下記の基準により四段階の評点で評価した。

1：塗膜の光沢性は非常に高く、塗膜の傷が殆ど認められない。

また、塗膜の汚れによる黒ずみが全く認められない。

2：塗膜の光沢性は高いが、塗膜の傷がかすかに認められる。

また、塗膜の汚れによる黒ずみが、かすかに認められる。

3：塗膜の光沢性は低く、塗膜の傷が認められる。

また、塗膜の汚れによる黒ずみが、認められる。

4：塗膜の光沢がなく、塗膜の傷が顕著に認められる。

また、塗膜の汚れによる黒ずみも顕著に認められる。



【 0 2 8 0 】

以上 3 ヲ月の結果から、フローアポリッシュ分野で長い経験を有する本出願人らの日常のメンテナンスから全面補修までの長年にわたって蓄積された多数の現場データ及び技術的知見を基礎として当該データを解析・検討すると、本発明のフローアポリッシュ用組成物を使用した場合、全面補修までの期間が大幅に延長されることが、確実に期待されることがわかった。

【 0 2 8 1 】

【発明の効果】

本発明のフローアポリッシュ用組成物によって床面等の基材表面を処理した場合、そのフローアポリッシュ被膜は、硬度、耐摩耗性、耐擦傷性、耐汚染性等が大幅に向上し、被膜膜自体の特性改善される結果、被膜のメンテナンス作業が大幅に軽減される。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 フロアーポリッシュ被膜の硬度の向上、耐摩耗性や耐擦傷性の向上、耐汚染性の向上などにより、被膜のメンテナンス作業の軽減をはかることができるフロアーポリッシュ用組成物を提供する。

【解決手段】 被膜形成性の有機高分子物質を主体として含むフロアーポリッシュ用組成物において、鱗片状粒子、好ましくは鱗片状シリカ 2 次粒子をフィラーとして配合したものをを用いる。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [390005728]

1. 変更年月日 1990年10月12日

[変更理由] 新規登録

住 所 福岡県北九州市若松区北湊町13番1号

氏 名 洞海化学工業株式会社

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000044]

1. 変更年月日 1999年12月14日

[変更理由] 住所変更

住 所 東京都千代田区有楽町一丁目12番1号  
氏 名 旭硝子株式会社

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [399100983]

1. 変更年月日 1999年 9月16日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 東京都江東区永代2-31-15  
氏 名 株式会社ジェイ・エス・ピー